

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Marin Mustać

Zagreb, 2016

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Prof. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec, dipl. ing.

Student:

Marin Mustać

Zagreb, 2016.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradio samostalno koristeći stečena znanja tijekom studija i navedenu literaturu.

Zahvaljujem se mentorici prof. dr. sc Lovorki Grgec Bermanec na vodstvu, znanju i savjetima koje mi je ustupila tijekom izrade ovog rada.

Zahvaljujem se Alenu Jurišincu na pomoći prilikom izvođenja praktičnog dijela zadatka.

Marin Mustać



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske ispite studija strojarstva za smjerove:
procesno-energetski, konstrukcijski, brodstrojarski i inženjersko modeliranje i računalne simulacije

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje
Datum 08-07-2018. Prilog
Klasa: 062-04/16-6/3
Ur.broj: 15-1103-16-290

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **MARIN MUSTAČ**

Mat. br.: 0035178774

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Međulaboratorijska usporedba u području mjerenja tlaka od 0 do 1,5 MPa**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Interlaboratory comparison in the pressure measurement range from 0 up to 1,5 MPa**

Opis zadatka:

Mjerenje i umjeravanje je proces koji zahtijeva stalno potvrđivanje rezultata i iskazanih mjernih nesigurnosti. S ciljem otkrivanja sustavnih pogrešaka te dobivanja i održavanja akreditacije, umjerni laboratoriji uvode odgovarajuće mjere osiguranja kvalitete rezultata kao što su: sudjelovanje u međulaboratorijskim usporedbama, ponavljanje, praćenje i ocjenjivanje rezultata umjeravanja.

Svrha ovog rada je organizirati, provesti i analizirati međulaboratorijsku usporedbu umjernih laboratorija za tlak koja osigurava sljedivost rezultata do međunarodnih etalona. U radu koristiti mjernu opremu Laboratorija za procesna mjerenja u području 0 do 1,5 MPa koristeći ulje kao tlačni medij.

Potrebno je izraditi:

- Pregled normi i uputa za provedbu međulaboratorijskih usporedbi i obradu rezultata.
- Protokol usporedbe za tlak od 0 do 1,5 MPa.
- Opisati izbor etalona, mjernog područja i postupka umjeravanja.
- Izbor učesnika, referencijskog laboratorija i plan kruženja.
- Opis provedenih mjerenja u LPM-u i procjenu mjerne nesigurnosti.
- Analizu rezultata usporedbe određivanjem En vrijednosti.

U radu navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:

5. svibnja 2016.

Rok predaje rada:

7. srpnja 2016.

Predviđeni datumi obrane:

13., 14. i 15. srpnja 2016.

Zadatak zadao:

Izv. prof. dr. sc. Lovorka Grgec Bermanec

Predsjednica Povjerenstva:

Prof. dr. sc. Tanja Jurčević Lulić

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	III
POPIS TABLICA.....	IV
POPIS OZNAKA	V
SAŽETAK.....	VII
SUMMARY	VIII
1. UVOD	1
1.1. Općenito o mjerenju	1
1.2. Teorijske osnove mjerenja tlaka	2
1.3. Tlačna vaga.....	4
1.3.1. Podjela tlačnih vaga	4
1.3.2. Izračun efektivnog tlaka	6
2. UMJERAVANJE MJERILA TLAKA	7
2.1. Mjerni etalon.....	7
2.2. Sljedivost	7
2.2.1. Uspostavljanje mjeriteljske sljedivosti	8
2.3. Umjeravanje.....	9
2.3.1. Metode umjeravanja mjerila tlaka.....	10
2.3.2. Grafički prikaz metoda umjeravanja prema DKD-R 6-1	11
2.4. Mjerna nesigurnost	12
2.4.1. Određivanje mjerne nesigurnosti	13
3. PRAVILA MEĐULABORATORIJSKIH USPOREDBI.....	15
3.1. Akreditirani laboratorij	15
3.2. Primjena međulaboratorijskih usporedbi.....	16
3.3. Način ispitivanja sposobnosti	16
3.4. Ocjena rezultata umjeravanja	17
3.4.1. Usporedba preko z vrijednosti.....	17
3.4.2. Usporedba preko En vrijednosti	18
3.5. Pregled normi za međulaboratorijske usporedbe.....	18
4. POSTUPAK MJERENJA	20
4.1. Korištena oprema.....	20
4.2. Uvjeti usporedbe.....	21

4.3. Izračun mjerne nesigurnosti LPM	23
5. REZULTATI MJERENJA	24
5.1. LAB REF (mjerenje 1)	24
5.2. LAB 1	26
5.3. LAB 2	28
5.4. LAB 3	30
5.5. LAB REF (mjerenje 2)	32
5.6. Grafički prikaz odstupanja laboratorija po mjernim točkama	34
6. ANALIZA REZULTATA.....	38
7. ZAKLJUČAK	41
LITERATURA.....	42
PRILOZI.....	43

POPIS SLIKA

Slika 1-1. Prikaz mjerenja apsolutnog i relativnih tlakova	3
Slika 1-2. Presjek sklopa klip cilindar sa pripadajućim fizikalnim veličinama, [2].....	5
Slika 2-1. Lanac slijedivosti, [1]	9
Slika 2-2. Načini umjeravanja prema DKD-R 6-1	11
Slika 3-1. Mjeriteljske organizacija u svijetu, [1]	15
Slika 4-1. Prikaz mjerne linije u LPM-FSB	21
Slika 4-2. Shema kruženja.....	22
Slika 5-1. Grafički prikaz odstupanja LAB REF (mjerenje 1).....	25
Slika 5-2. Grafički prikaz odstupanja LAB 1	27
Slika 5-3. Mjerna linija LAB 2.....	28
Slika 5-4. Grafički prikaz odstupanja LAB 2	29
Slika 5-5. Grafički prikaz odstupanja LAB 3	31
Slika 5-6. Grafički prikaz odstupanja LAB REF (mjerenje 2).....	33
Slika 5-7. Grafički prikaz odstupanja za 0 bar	34
Slika 5-8. Grafički prikaz odstupanja za 2 bar	34
Slika 5-9. Grafički prikaz odstupanja za 4 bar	35
Slika 5-10. Grafički prikaz odstupanja za 6 bar	35
Slika 5-11. Grafički prikaz odstupanja za 7 bar	35
Slika 5-12. Grafički prikaz odstupanja za 9 bar	36
Slika 5-13. Grafički prikaz odstupanja za 11 bar	36
Slika 5-14. Grafički prikaz odstupanja za 13 bar	36
Slika 5-15. Grafički prikaz odstupanja za 15 bar	37

POPIS TABLICA

Tablica 2-1. Tipovi umjeravanja prema DKD-R 6-1, [3]	10
Tablica 2-2. Distribucija nesigurnosti kod Tip B načina mjerenja	12
Tablica 4-1. Provedena mjerenja.....	22
Tablica 4-2. Mjerna nesigurnost za LPM mjerenje 1	23
Tablica 4-3. Mjerna nesigurnost za LPM mjerenje 2	23
Tablica 5-1. Rezultati mjerenja LAB REF.....	25
Tablica 5-2. Rezultati mjerenja LAB 1	27
Tablica 5-3. Rezultati mjerenja LAB 2	29
Tablica 5-4. Rezultati mjerenja LAB 3	31
Tablica 5-5. Rezultati mjerenja LAB REF (mjerenje 2)	33
Tablica 6-1. Izračun En vrijednosti za LAB 1	38
Tablica 6-2. Izračun En vrijednosti za LAB 2	38
Tablica 6-3. Izračun En vrijednosti za LAB 3	39
Tablica 6-4. Prikaz dobivenih En vrijednosti	39

POPIS OZNAKA

<i>Oznaka</i>	<i>Jedinica</i>	<i>Opis</i>
p	Pa	<i>tlak</i>
p_e	Pa	<i>efektivni tlak</i>
p_a	Pa	<i>apsolutni tlak</i>
p_b	Pa	<i>barometarski tlak</i>
p_m	Pa	<i>pretlak</i>
p_v	Pa	<i>podtlak</i>
m_i	kg	<i>prava masa i-tog utega postavljenog na sklop</i>
g	m/s^2	<i>iznos lokalnog gravitacijskog ubrzanja</i>
ρ_a	kg/m^3	<i>gustoća zraka okoline</i>
ρ_{mi}	kg/m^3	<i>gustoća i-tog utega</i>
ρ_f	kg/m^3	<i>gustoća radnog medija</i>
α_k	$^{\circ}C^{-1}$	<i>koeficijent temperaturnog rastezanja klipa</i>
α_c	$^{\circ}C^{-1}$	<i>koeficijent temperaturnog rastezanja cilindra</i>
A_0	M^2	<i>efektivna površina sklopa pri nultom tlaku</i>
t	$^{\circ}C$	<i>temperatura sklopa za vrijeme ispitivanja</i>
λ	MPa^{-1}	<i>koeficijent elastične deformacije</i>
θ	$^{\circ}$	<i>kut nagiba osi klipa u odnosu na vertikalu</i>
v	kg/m^3	<i>volumen</i>
h	m	<i>razlika visina etalonskog i ispitivanog sklopa</i>
Γ	m	<i>opseg klipa</i>
c	N/m^2	<i>površinska napetost radnog medija</i>
U	bar	<i>proširena nesigurnost</i>
U_X	bar	<i>proširena nesigurnost referentne vrijednosti</i>
U_x	bar	<i>proširena nesigurnost rezultata laboratorija</i>
u	bar	<i>standardna nesigurnost</i>
$u(b')$	bar	<i>nesigurnost ponovljivosti</i>
$u(etalon)$	bar	<i>nesigurnost etalona</i>
$u(f_0)$	bar	<i>nesigurnost nultočke</i>
$u(h)$	bar	<i>nesigurnost histereze</i>
$u(rez.)$	bar	<i>rezolucija</i>

u	<i>bar</i>	<i>standardna mjerna nesigurnost</i>
E_n	-	<i>statistički koeficijent</i>
z	-	<i>statistički koeficijent</i>

SAŽETAK

Međulaboratorijska usporedba je najprikladniji način za sustavno praćenje kvalitete rezultata. U svrhu izrade diplomskog rada provedena je jedna takva usporedba. Predmet usporedbe bilo je mjerilo tlaka u rasponu 0 – 15 bar.

Prvo ispitivanje provedeno je u referentnom laboratoriju (LPM) na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Mjerilo tlaka umjereno je prema etalonskoj tlačnoj vagi interne oznake TLVAG_01, a kao radni medij za generiranje tlaka korišteno je ulje. Predmet usporedbe nakon toga poslan je prema principu kruženja u još tri laboratorija. Završno mjerenje izvedeno je također u referentnom laboratoriju. Sva mjerenja izvedena su prema DKD-R 6-1 smjernicama, odabran je tip B usporedbe, a mjerni raspon podijeljen je 9 pojedinačnih mjerenja (0, 2, 4, 6, 7, 9, 11, 13, 15 bar)

Dobiveni rezultati prikazani su tablično i grafički, a analiza rezultata provedena je metodom usporedbe prema E_n vrijednosti.

Ključne riječi: međulaboratorijska usporedba, tlačna vaga, umjeravanje, sljedivost, mjerna nesigurnost, E_n vrijednost

SUMMARY

Interlaboratory comparison is the most appropriate way to systematically monitor the quality of results. For the purpose of making this graduate thesis paper such a comparison was carried out. The subject of comparisons was electrical pressure gauge with the measuring range from 0 to 15 bar.

The first test was carried out in the reference laboratory (LPM) at the Faculty of Mechanical Engineering. Pressure gauge was calibrated according to dead weight tester with internal code TLVAG_01, using oil as pressure generating medium. After that gauge was sent in three different laboratories, one after another. Final measurements were also performed in the reference laboratory. All measurements were done according to DKD-R 6-1 guidelines, using sequence B as selected type of measuring. Measurement range was divided into 9 individual measurements (0, 2, 4, 6, 7, 9, 11, 13, 15 bar)

The results are shown in tables and charts, and the analysis of results was done according to E_n values method of comparison.

Keywords: interlaboratory comparison, dead weight tester, calibration, traceability, measurement uncertainty, E_n value

1. UVOD

1.1. Općenito o mjerenju

Mjerenje je dodjeljivanje vrijednosti nekoj stvari ili pojavi sa svrhom određivanja i međusobnog razlikovanja sličnih. Svakodnevno smo okruženi raznim informacijama koje sadržavaju mjere; udaljenost, visina, brzina putovanja, temperatura zraka, jedne su od najčešćih. Teško je zamisliti bilo kakvu pojavu, a da joj ne pridružimo odgovarajući broj. Od samih početaka civilizacije ljudi su na različite načine mjerili, prvenstveno kako bi lakše trgovali. Protokom vremena i povezivanjem civilizacija, mjerne jedinice su se uniformirale te je tako mjerenje postalo znatno kvalitetnije. U današnjoj Europi troškovi mjerenja i vaganja istovrijedni su iznosu od 6 % našega bruto nacionalnoga proizvoda, te je tako mjeriteljstvo postalo prirodan i bitan dio naše svakodnevice.

Znanost je potpuno ovisna o mjerenju, a mjeriteljstvo je vjerojatno najstarija znanstvena disciplina u svijetu te je znanje o tome kako se ono primjenjuje temeljna potreba u praktično svim znanstveno utemeljenim zanimanjima.

Znanstveno se mjeriteljstvo prema BIPM-u (Međunarodnom uredu za utege i mjere) dijeli u 9 tehničkih područja: masa, elektricitet, duljina, vrijeme i frekvencija, termometrija, ionizacijsko zračenje i radioaktivnost, fotometrija i radiometrija, protok, akustika i količina tvari.

Mjeriteljstvo ima tri glavna zadatka:

- definiranje međunarodno prihvaćenih mjernih jedinica
- ostvarenje mjernih jedinica znanstvenim metodama
- utvrđivanje lanca sljedivosti pri određivanju i dokumentiranju vrijednosti i točnosti mjerenja i prenošenju toga znanja

Sustavno mjerenje s poznatim stupnjevima nesigurnosti jedan je od temelja industrijskog upravljanja kakvoćom. U većini suvremenih industrija troškovi mjerenja čine 10 % – 15 % troškova proizvodnje. Dobro mjerenje povećava vrijednost, učinkovitost i kakvoću proizvoda. Dobro, a dobro mjerenje je točno mjerenje, postizemo redovitim umjeravanjem mjerne opreme koje je potrebno zbog promjene svojstava i značajki mjerila nakon određenog perioda korištenja. [1]

1.2. Teorijske osnove mjerenja tlaka

Tlak se definira djelovanjem sile u smjeru normale (okomito) na jediničnu površinu. Silom na neku površinu mogu djelovati kruta tijela, tekućine i plinovi. Kod fluidnih sustava tlak je posljedica sile koja nastaje uslijed udaranja molekula u stijenku koja ga okružuje. Općenito definiciju tlaka za fluid u mirovanju možemo zapisati jednadžbom:

$$p = \frac{dF_n}{dA} \approx \frac{F}{A}$$

dF_n - diferencijalni dio normalne sile na površinu

dA - diferencijalni dio površine za koju vrijede iste zakonitosti djelovanja fluida kao u cijelom kontinuumu

Mjerna jedinica za tlak u *SI - sustavu* je:

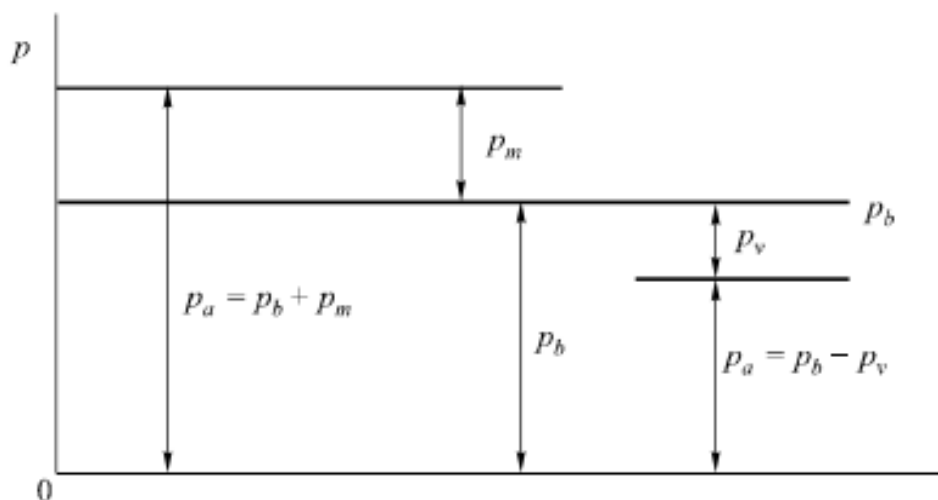
$$\frac{N}{m^2} = Pa$$

nazvana po Blaiseu Pascalu. Kako je ta jedinica vrlo mala, jer je sastavljena od male sile raspoređene po velikoj površini, već i atmosferski (okolišni) tlak u toj jedinici je izražen vrlo velikim brojem. Da bi se olakšala komunikacija i izbjegli tako veliki brojevi uvedena je mjerna jedinica koja je približno jednaka okolišnom tlaku.

$$1 \text{ bar} = 10^5 Pa$$

Važno je razlikovati apsolutni i relativni tlak. Apsolutni tlak za referentnu vrijednost ima apsolutnu nulu (100% vakuum). Apsolutni tlak ukupni je tlak kojim djeluje plin ili para, a predstavlja zbroj barometarskog i manometarskog tlaka. Relativni tlak, pretlak i podtlak (vakuum) odnose se na razliku mjerenog tlaka i atmosferskog tlaka.

Ako je tlak u nekoj posudi manji od barometarskog, taj podtlak očitava se na vakuummetru. U tom slučaju apsolutni tlak je jednak razlici barometarskog tlaka i vrijednosti koju pokazuje vakuummetar.



Slika 1-1. Prikaz mjerenja apsolutnog i relativnih tlakova

p_a - apsolutni tlak

p_b - barometarski tlak, odgovara atmosferskom tlaku

p_m - tlak očitani manometrom, pretlak

p_v - tlak očitani vakuummetrom, podtlak

Tlačne vage, kovni manometri, cijevni manometri, mjerila vakuuma i pretvornici tlaka neki su od načina mjerenja tlaka.

1.3. Tlačna vaga

Tlačne vage su osjetljivi i precizni mjerni instrumenti na kojima se tlak generira djelovanjem sile na poznatu površinu. Počinju se primjenjivati prije otprilike 150 godina, u doba početka primjene parnih strojeva u industriji. Razvoj tlačnih vaga potaknut je potrebom za razumijevanjem termodinamičkih svojstava plinova i tekućina pri različitim temperaturama i tlakovima.

Princip rada temelji se na zakonu promjene hidrostatskog tlaka. Sklop se sastoji od precizno izrađenog okomitog klipa umetnutog u blisko prilagođeni cilindar, međusobno podmazivanih filmom fluida. Mase (cilindrični utezi) poznatih težina postavljaju se na vrh slobodnog klipa. Na donji dio klipa dovodi se fluid pod tlakom, najčešće dušik ili bijelo ulje, sve dok se ne postigne ravnoteža između narinutog tlaka i postavljenih utega. To se očituje slobodnim rotiranjem klipa u cilindru. Rotiranje klipa sa utezima također anulira moguću grešku mjerenja tlaka zbog nehomogeno raspoređene težine i trenja. [2]

Glavni zahtjevi za izradu sklopa su:

- korištenje materijala sa malim koeficijentom temperaturene ekspanzije i dobrom otpornosti na dinamička naprezanja sa što nižim koeficijentom linearne distorzije. Suvremeni trend je korištenje volfram karbida legiranog sa različitim udjelima nikla i kobalta. Također, često se koriste čelik i keramika.
- izraditi površine pomičnih dijelova u mikronskim tolerancijama
- mali i konstantni međuprostor između klipa i cilindra ($0,5 - 1 \mu m$)
- postići apsolutnu nepropusnost upotrebom odgovarajućih brtvi i spojnih elemenata
- automatski sustav pozicioniranja utega na klip ne smije opteretiti tlačnu vagu nikakvom silom jer se time gubi na preciznosti mjerenja
- ako se koriste elektromotori za vrtnju utega (približno 30 o/s, moraju biti štice i daleko od sklopa klip/cilindar da se izbjegne utjecaj njihovih toplinskih gubitaka na točnost mjerenja

1.3.1. Podjela tlačnih vaga

Tlačne vage se s obzirom na konstrukciju sklopa klip/cilindar mogu podijeliti na:

- tlačne vage s jednostavnom konfiguracijom sklopa klip/cilindar kod kojih je $p_j = 0$

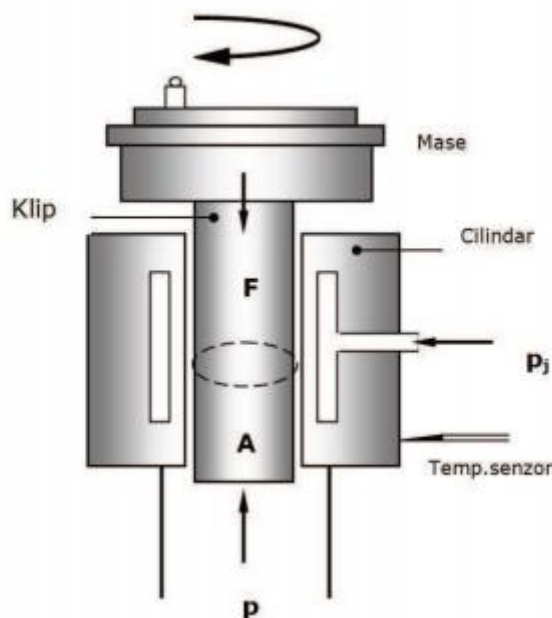
Mjereni tlak djeluje samo na bazu klipa. Klip i cilindar izloženi su slobodnoj elastičnoj deformaciji ovisnoj o tlaku, geometriji, elastičnim konstantama i fizikalnim svojstvima radnog fluida. Ovaj tip vaga je najrasprostranjeniji i najčešće upotrebljavan. Maksimalni tlak iznosi 500 MPa.

- tlačne vage s uvučenom konfiguracijom sklopa klip/cilindar kod kojih je $p_j = p$

Kod ovog tipa tlačnih vaga mjereni tlak ne djeluje samo na donju bazu klipa/cilindra, već i na oplošje cilindra reducirajući time velike deformacije cilindra izloženog visokim tlakovima. Radni tlakovi im sežu do 700 MPa , a kod specifičnih izvedbi čak i do 1 GPa .

- tlačne vage s tlakom kontroliranim zazorom kod kojih je $p_j \neq p$

Veličina zazora ovisi o konstrukcijskoj geometriji sustava, inicijalnom zazoru između klipa i cilindra, vrijednostima p i p_j , konstanti elastičnosti klipa i cilindra i svojstvima radnog fluida. Ova konfiguracija koristi se za mjerenje tlakova iznad 500 MPa , do čak 2 GPa , a ono što je čini boljom u odnosu na prethodni tip jest činjenica da je operativna čak i na srednjim tlakovima. To je omogućeno zahvaljujući pravilnom odabiru tlaka p_j kojim je moguće održavati konstantnu vrijednost zazora između klipa i cilindra, čime se posredno utječe i na željenu brzinu propadanja klipa.



Slika 1-2. Presjek sklopa klip cilindar sa pripadajućim fizikalnim veličinama, [2]

Obzirom na vrstu korištenog radnog medija tlačne vage mogu biti:

- uljne
- plinske

Radni medij je filtrirani zrak ili čisti dušik bez udjela kisika. Zbog niže viskoznosti plina klip je osjetljiviji na poremećaje u sustavu koji rezultiraju vertikalnim pomacima.

Bitan je kompromis radnog medija u smislu viskoznosti. Kad je viskoznost veća fluid će teže iscureti kroz brtveni prostor, ali će istovremeno odziv sustava biti sporiji i usporavanje rotacije klipa će biti značajnije.

1.3.2. Izračun efektivnog tlaka

Uzimajući u obzir bitne korekcije koje se odnose na:

- utjecaj temperature i posljedično temperaturno rastezanje klipa
- elastičnu deformaciju klipa i cilindra uslijed djelovanja tlaka
- varijacije gravitacijskog ubrzanja
- uzgonsko djelovanje zraka i radnog fluida
- površinsku napetost radnog fluida
- razliku u visini stupca fluida i tlak okoline

Dobivamo jednadžbu za izračun efektivnog tlaka:

$$p_e = \frac{\left[\sum_{i=0}^n \left[m_i * \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{mi}} \right) \right] + (hA_0 - v) * (\rho_f - \rho_a) \right] * g * \cos\theta + \Gamma * c}{A_0 * (1 + \lambda + p_e) * [1 + (\alpha_k + \alpha_c) * (t - 20)]}$$

gdje je:

p_e - efektivni tlak

m_i - prava masa i-tog utega postavljenog na sklop

g - iznos lokalnog gravitacijskog ubrzanja

ρ_a - gustoća zraka okoline

ρ_{mi} - gustoća i-tog utega

ρ_f - gustoća radnog medija

α_k - koeficijent temperaturnog rastezanja klipa

α_c - koeficijent temperaturnog rastezanja cilindra

A_0 - efektivna površina sklopa pri nultom tlaku

t - temperatura sklopa za vrijeme ispitivanja

λ - koeficijent elastične deformacije

θ - kut nagiba osi klipa u odnosu na vertikalu

v - volumen za koji se radi korekcija zbog uzgonskog djelovanja fluida

h - razlika visina etalonskog i ispitivanog sklopa

Γ - opseg klipa

c - površinska napetost radnog medija

2. UMJERAVANJE MJERILA TLAKA

U ovom poglavlju obrađeni su osnovni pojmovi vezani za laboratorijski postupak umjeravanja mjerila tlaka. Umjeravanje je bitno kako bi se u svakom trenutku mogli sa određenom sigurnosti pouzdano koristiti mjernom opremom. Važno je znati pravilno izračunati odstupanje u mjerenju i interpretirati prikazani rezultat. Takvi dobiveni rezultati međusobno se uspoređuju čime se potvrđuje njihova točnost, a koja se očituje u konačnom iznosu mjerne nesigurnosti.

2.1. Mjerni etalon

Mjerni etalon tvarna je mjera, mjerilo, referentna tvar ili mjerni sustav namijenjen za određivanje, ostvarivanje, čuvanje ili obnavljanje jedinice ili jedne ili više vrijednosti neke veličine kako bi mogli poslužiti kao referenca. [1]

Laboratorijski etaloni se međusobno uspoređuju kako bi vlastita mjerenja mogli izvesti sa boljom pouzdanošću. Svako mjerilo može u nekom eksperimentu poslužiti kao etalonsko ukoliko su mjeritelju poznate njegove karakteristike provjerene i uspoređene od strane ostalih etalona. Mjerni etaloni uspoređuju se do najviših razina, nacionalnih i međunarodnih. Time su mjerenja međunarodno uniformirana.

Etaloni tlaka u pravilu su visokokvalitetni tekućinski manometri i tlačne vage. Pritom je korištenje tekućinskih manometara je ograničeno za više tlakove zbog tražene visine stupca tekućine.

2.2. Sljedivost

Neprekidan lanac usporedbi od koji svaka ima pouzdano utvrđenu mjernu nesigurnost nazivamo lancem sljedivosti. Na taj način osigurava se da mjerni rezultat ili vrijednost etalona bude povezana s referentnim etalonima na višoj razini (obično državnim ili međunarodnim), koji u konačnici završavaju s primarnim etalom.

Mjeriteljska sljedivost zahtijeva uspostavljenju hijerarhiju umjeravanja. Međunarodna organizacija za akreditaciju laboratorija, ILAC, smatra da su elementi potrebni za priznavanje mjeriteljske sljedivosti:

- neprekidan lanac mjeriteljske sljedivosti prema međunarodnom mjernom etalonu ili nacionalnom mjernom etalonu
- dokumentirana mjerna nesigurnost
- dokumentirani mjerni postupak
- akreditirana tehnička sposobnost
- mjeriteljska sljedivost prema SI-u
- razdoblja umjeravanja.

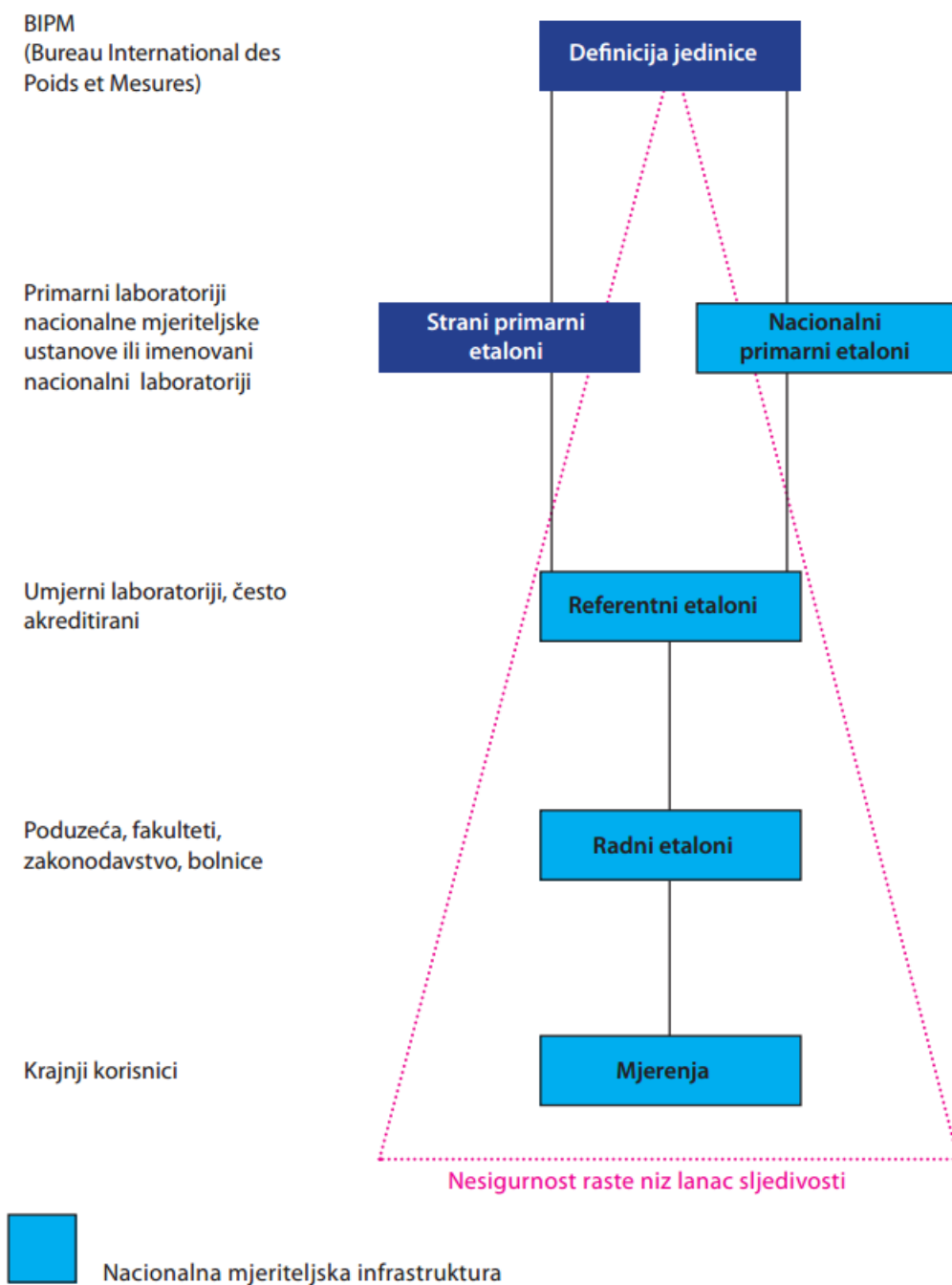
2.2.1. Uspostavljanje mjeriteljske sljedivosti

Nacionalni mjeriteljski institut (National Metrology Institute, NMI) tijelo je koje se imenuje nacionalnom odlukom za razvoj i održavanje nacionalnih mjernih etalona jedne ili više veličina. Odgovoran je za mjeriteljsku sljedivost veličina neke države te predstavlja istu u međunarodnim odnosima prema drugim nacionalnim mjeriteljskim institutima, regionalnim mjeriteljskim organizacijama i prema Međunarodnom uredu za utege i mjere (Bureau International des Poids et Mesures, BIPM). BIPM ima ulogu pohranjivanja međunarodnih pramjera, mjeriteljskog razvoja i međunarodnog uspoređivanja etalona različitih veličina za potrebe zemalja članica.

Predstavnici vlada država članica sastaju se svake četvrte godine na *Općoj konferenciji za utege i mjere* (Conférence Générale des Poids et Mesures, CGPM) na kojoj se razmatra i provjerava rad koji obavljaju nacionalni mjeriteljski instituti i BIPM, te donosi preporuke o novim temeljnim mjeriteljskim odrednicama i svim važnijim pitanjima iz djelokruga BIPM-a. CGPM bira do 18 predstavnika u *Međunarodni odbor za utege i mjere* (Comité International des Poids et Mesures, CIPM), koji se sastaje svake godine. CIPM nadzire BIPM i u ime CGPM surađuje s drugim međunarodnim mjeriteljskim organizacijama. *CIPM Sporazum o međusobnome priznavanju* (CIPM MRA) sporazum je između nacionalnih mjeriteljskih instituta. Samo jedan NMI po državi može potpisati CIPM MRA, ali i drugi mjeriteljski instituti koji čuvaju priznate nacionalne etalone u toj zemlji mogu biti imenovani i sudjelovati u CIPM MRA preko NMI potpisnika. Takvi se instituti nazivaju imenovani instituti (Designated Institutes, DIs).

Jedan od ciljeva CIPM MRA jest osiguravanje međusobnoga priznavanja potvrda o umjeravanju i mjerenju koje izdaju NMI sudionici. Potpisnici CIPM MRA sporazuma međusobno priznaju sljedivosti ostvarene preko nacionalnih mjeriteljskih instituta. Nadalje, nacionalni mjeriteljski institut neke države na usluzi je umjernim laboratorijima te države da ostvare sljedivost svojih mjernih etalona. Umjerni laboratoriji prodaju usluge umjeravanja ispitnim laboratorijima, poduzećima i drugim krajnjim korisnicima koji trebaju usluge umjeravanja svojih radnih etalona ili mjerila. Shematski prikaz opisane mjerne sljedivosti prikazan je na slici 2-1.

Opisana mjerna sljedivost prema SI jedinicama uglavnom je primjenjiva na fizikalne veličine, međutim, postoje situacije gdje sljedivost prema SI jedinicama nije moguća i koja se ne može ostvariti neprekinutim lancem umjeravanja. U takvim slučajevima pribjegava se drugim načinima ostvarivanja mjerne sljedivosti kao što je sljedivost prema certificiranim referentnim materijalima, dogovorenim metodama i normama prihvaćenim konsezusom. [6]



Slika 2-1. Lanac sljedivosti, [1]

2.3. Umjeravanje

Umjeravanje mjerila, mjernog sustava ili referentne tvari temeljno je oruđe za osiguravanje mjerne sljedivosti. Umjeravanje obuhvaća određivanje mjeriteljskih značajki mjerila, mjernog sustava ili referentne tvari. Ono se, u pravilu, postiže izravnom usporedbom s etalonima ili potvrđenim referentnim tvarima. O umjeravanju se izdaje potvrda o umjeravanju, a najčešće se na umjereno mjerilo stavlja naljepnica.

Četiri su glavna razloga za umjeravanje mjerila:

- uspostavljanje i prikaz sljedivosti
- osiguravanje da očitavanja mjerila budu sukladna s drugim mjerenjima
- određivanje točnosti očitavanja mjerila
- utvrđivanje pouzdanost mjerila

Prije početka umjeravanja mora se utvrditi da je predmet umjeravanja umjerljiv. Instrument mora imati funkcije kakve su mu pripisane popratnom dokumentacijom. Umjeravanje započinje pregledom instrumenta:

- vizualni pregled moguće oštećenosti
- čišćenje eventualnih kontaminiranih dijelova
- provjera naljepnica, čitanje indikacija
- priprema dokumentacije potrebne za provedbu umjeravanja
- provjera spojeva, eventualnog istjecanja radnog medija
- test funkcija elektroničkih instrumenata

Umjeravanje se provodi kad mjerni uređaj postigne temperaturu jednaku temperaturi okoline. U obzir se mora uzeti zagrijavanje instrumenta tijekom rada i nastala razlika temperature. Temperatura okoline mora biti između 18°C i 28°C uz stabilnost s odmakom od ± 1 °C. Također, ako utječe na mjerenje moraju se pratiti vrijednosti tlaka okoline i relativne vlažnosti.

2.3.1. Metode umjeravanja mjerila tlaka

Umjeravanje se vrši prema jednoliko raspoređenim unaprijed zadanim točkama mjerenja u rasponu do maksimalnog tlaka. Ovisno o tipu umjeravanja odabranom prema ciljanoj vrijednosti mjerne nesigurnosti provodi se jedna ili više serija mjerenja.

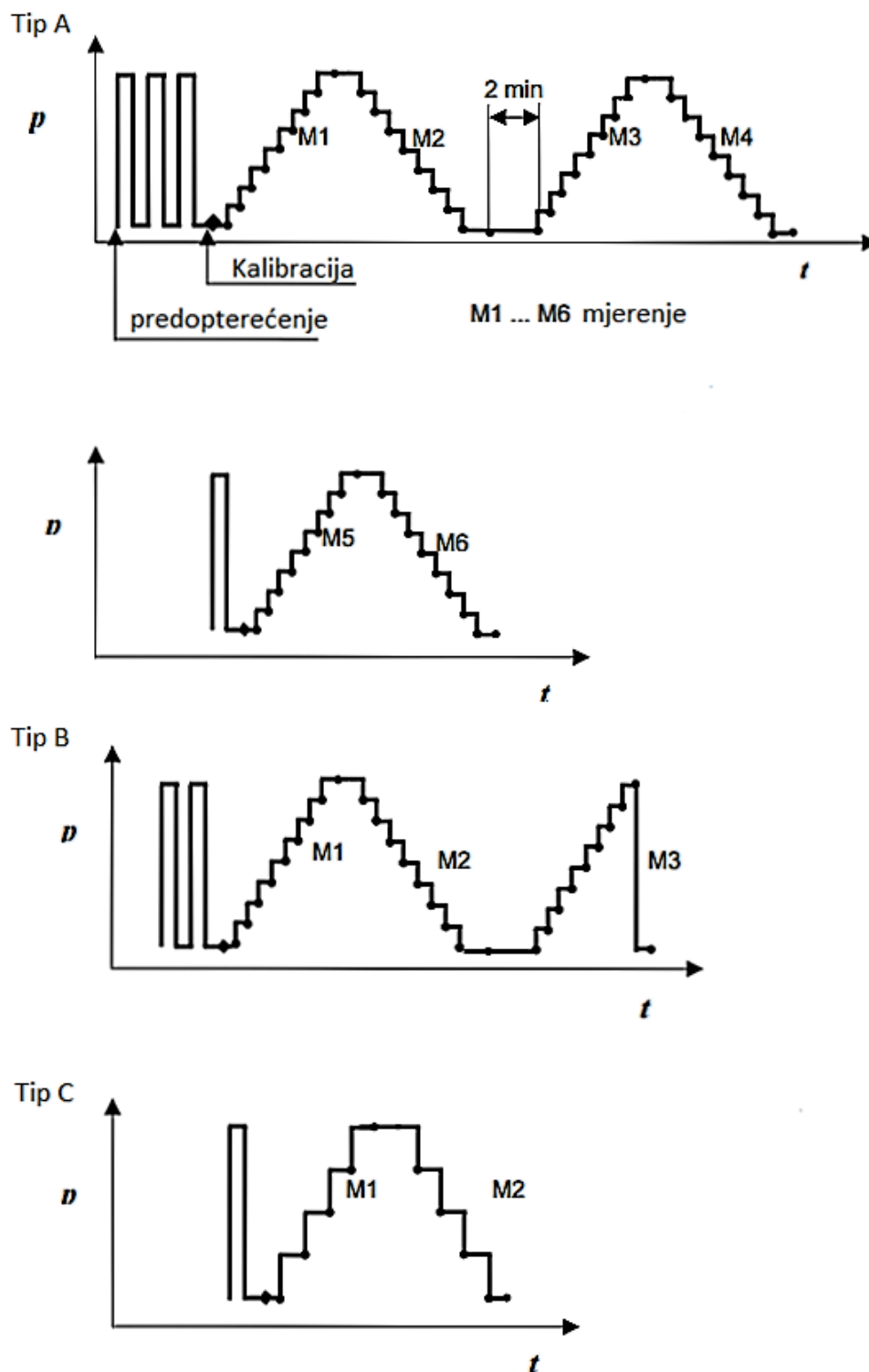
Prema DKD-R 6-1 (*Deutsche kalibrierdienst*) smjernicama postoje tri tipa umjeravanja mjerila tlaka. Razlikuju se u iznosu ciljane mjerne nesigurnosti, broju mjernih točaka, broju predopterećenja i broju serija mjerenja.

Tablica 2-1. Tipovi umjeravanja prema DKD-R 6-1, [3]

tip umjeravanja	ciljana mjerna nesigurnost, izražena u % mjernog raspona	broj mjernih točaka	broj predopterećenja	promjena opterećenja + vrijeme čekanja	vrijeme čekanja na gornjoj granjici mjernog raspona	broj mjernih serija	
				sec		gore	dolje
A	< 0,1	9	3	> 30	2	2	2
B	0,1 ... 0,6	9	2	> 30	2	2	1
C	> 0,6	5	1	> 30	2	1	1

Potrebno je napomenuti da se za raspon mjerenja do 2500 bar koristi A-tip umjeravanja

2.3.2. Grafički prikaz metoda umjeravanja prema DKD-R 6-1



Slika 2-2. Načini umjeravanja prema DKD-R 6-1

2.4. Mjerna nesigurnost

Nesigurnost je količinska mjera kvalitete mjernog rezultata, koja omogućuje da se mjerni rezultati uspoređuju s drugim rezultatima. Sva mjerenja podliježu pogreškama, čime se mjerni rezultat razlikuje od istinite vrijednosti mjerene veličine. Uz dano vrijeme i sredstva, većina izvora mjerne pogreške može se identificirati, a mjerne pogreške se mogu količinski odrediti i ispraviti, npr. umjeravanjem. [1]

Mjerna nesigurnost definira se kao parametar pridružen mjernom rezultatu koji označava rasipanje vrijednosti, što se smije razborito pripisati mjerenoj veličini.

Mjerna nesigurnost mogla bi se odrediti pokusima tako da se svaka od veličina koje utječu na mjerenu veličinu mijenja i da se potom statistički procjenjuje nesigurnost. Takav postupak zahtjeva mnogo vremena i novca i zbog toga nije uobičajen. Obično se pretpostavlja matematički model ovisnosti mjerene veličine o utjecajnim veličinama i vjerojatnosna razdioba nesigurnosti. O tome koje će se veličine uzeti u obzir određuje ciljana točnost mjerenja.

Prema načinu procjene nesigurnosti sastavnice mjerne nesigurnosti se prema preporukama ISO GUM svrstavaju u dvije osnovne skupine:

- Skupina A (Tip A) - procjena mjerne nesigurnosti temelji se statističkim postupcima na osnovu niza ponovljenih mjerenja ($n \geq 10$), procjeni standardne devijacije i na broju stupnjeva slobode
- Skupina B (Tip B) – procjena mjerne nesigurnosti temelji se na iskustvu temeljenom na prethodnim mjerenjima, podacima proizvođača, raznim priručnicima i izračunima. Veličina mjerne nesigurnosti dobivena ovim načinom smatra se da odgovara standardnoj devijaciji.

Tablica 2-2. Distribucija nesigurnosti kod Tip B načina mjerenja

distribucija	Standardna nesigurnost
pravokutna	$u = \frac{a}{\sqrt{3}}$
trokutasta	$u = \frac{a}{\sqrt{6}}$
U - oblik	$u = \frac{a}{\sqrt{2}}$

Gdje je a granica nesigurnosti (udaljenost gornje i donje granice).

2.4.1. Određivanje mjerne nesigurnosti

Određivanje standardne mjerne nesigurnosti ulaznog podatka mjerenja $u(x_i)$

Funkciju modela možemo zapisati kao

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N)$$

Dodatak standardnoj mjernoj nesigurnosti ulaznog podatka vezan za nesigurnost uzorka mjerenja $u_i(y)$ računa se prema jednadžbi:

$$u_i(y) = c_i * u(x_i)$$

Gdje je c_i koeficijent osjetljivosti izražen kao

$$c_i = \frac{\partial f}{\partial x_i}$$

Standardna mjerna nesigurnost dodana rezultatu:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N u_i^2(y)}$$

Određivanje proširene mjerne nesigurnosti

Proširena mjerna nesigurnost $U(y)$ izražava se kao

$$U(y) = k * u(y)$$

Gdje k predstavlja faktor pokrivenosti. Najčešće se za vrijednost faktora pokrivenosti uzima $k = 2$ uz vjerojatnost pokrivanja od 95%.

Komponente mjerne nesigurnosti

- ponovljivost b'

$$b'_{g,j} = [(x_{3,j} - x_{3,0}) - (x_{1,j} - x_{1,0})]$$

$$b'_{d,j} = [(x_{4,j} - x_{4,0}) - (x_{2,j} - x_{2,0})]$$

$$b'_{sr,j} = \max\{b'_{g,j}, b'_{d,j}\}$$

doprinos mjernoj nesigurnosti

$$u(b') = \sqrt{\frac{1}{3} * \left(\frac{b'}{2}\right)^2}$$

- histerza h

$$h_{sr,j} = \frac{1}{n} * \{[(x_{2,j} - x_{1,0}) - (x_{1,j} - x_{1,0})] + [(x_{4,j} - x_{3,0}) - (x_{3,j} - x_{3,0})] + [(x_{6,j} - x_{5,0}) - (x_{5,j} - x_{5,0})]\}$$

doprinos mjernoj nesigurnosti

$$u(h) = \sqrt{\frac{1}{3} * \left(\frac{h}{2}\right)^2}$$

- odstupanje od nultočke

$$f_0 = \max\{(x_{2,0} - x_{1,0}), (x_{4,0} - x_{3,0}), (x_{6,0} - x_{5,0})\}$$

doprinos mjernoj nesigurnosti

$$u(h) = \sqrt{\frac{1}{3} * \left(\frac{f_0}{2}\right)^2}$$

- rezolucija mjerila – nesigurnost je jednaka koraku na skali mjerila, npr.

$$u(rez) = 0,001$$

- nesigurnost etalona - zadana u podacima o etalonu, npr.

$$u(etalon) = 1 * 10^{-4}$$

3. PRAVILA MEĐULABORATORIJSKIH USPOREDBI

Najprikladnije sredstvo za praćenje kvalitete rezultata tijela za ocjenjivanje sukladnosti jest njihovo uključivanje u programe ispitivanja sposobnosti ili vanjske procjene kvalitete, ili sudjelovanje u drugim međulaboratorijskim usporedbama. Kvaliteta rezultata može se, također pratiti i unutrašnjim mjerama osiguranja kvalitete rezultata. Primjenom unutrašnjih i vanjskih mjera osiguranja kvalitete rezultata tijelu za ocjenjivanje sukladnosti pruža se mogućnost da svoju sposobnost dokaže kupcima svojih usluga i akreditacijskom tijelu.

Međulaboratorijska usporedba je organizacija, izvedba i vrednovanje mjerenja ili ispitivanja istih ili sličnih predmeta ispitivanja u dva ili više laboratorija prema unaprijed određenim uvjetima. [2]

3.1. Akreditirani laboratorij

Akreditacija se definira kao priznanje tehničke sposobnosti, sustava kakvoće i nepristranosti laboratorija, izdana od ovlaštenog tijela. Akreditirani se mogu javni i privatni laboratoriji. Akreditacija je dragovoljna, ali većina međunarodnih, europskih i nacionalnih vlasti osigurava kakvoću laboratorija za ispitivanje i umjeravanje zahtjevom da u svojem području budu akreditirani od strane tijela za akreditaciju. Akreditacija se dodjeljuje na temelju ocjene laboratorija i redovitih pregleda. Općenito se temelji na regionalnim i međunarodnim normama, te na tehničkim specifikacijama i uputama koje su bitne za pojedinačni laboratorij. Akreditirani laboratoriji dio su Nacionalnih mjeriteljskih instituta, koji su međusobno umreženi na međunarodnoj i globalnoj razini.



Slika 3-1. Mjeriteljske organizacija u svijetu, [1]

3.2. Primjena međulaboratorijskih usporedbi

Ispitni laboratoriji, umjerni laboratoriji, medicinski laboratoriji, inspekcijska i certifikacijska tijela koriste međulaboratorijske usporedbe za dokazivanje svoje tehničke osposobljenosti. Osnovna primjena međulaboratorijskih usporedbi je u svrhu ispitivanja sposobnosti sudionika. Sudionik ispitivanja sposobnosti je laboratorij, organizacija ili osoba koja zaprima predmete ispitivanja sposobnosti i dostavlja rezultate organizatoru, dok je organizator ispitivanja sposobnosti organizacija koja preuzima odgovornost za sve zadatke razvoja i izvedbe sheme ispitivanja sposobnosti.

Uobičajene primjene međulaboratorijskih usporedbi u svrhu ispitivanja sposobnosti obuhvaćaju:

- vrednovanje izvedbi sudionika za određena ispitivanja ili mjerenja te praćenje kontinuiteta izvedbi
- otkrivanje problema u radu i poboljšanje
- utvrđivanje učinkovitosti i usporedivosti ispitnih ili mjernih metoda
- pružanje dodatnog povjerenja kupcima usluga
- usporedba metoda ili postupaka i otkrivanje razlika između laboratorija
- usporedba sposobnosti osoblja koje provodi ispitivanja ili mjerenja
- izobrazba sudionika temeljena na rezultatima provedene usporedbe
- validacija granica nesigurnosti

Primjene u kojima se pretpostavlja da je sudionik osposobljen, a koje se zbog toga ne smatraju ispitivanjima sposobnosti:

- vrednovanje značajki izvedbe metode
- dodjeljivanje vrijednosti referentnim materijalima i ocijenjivanje njihove prikladnosti za upotrebu u postupcima ispitivanja i mjerenja
- potpora izjavama o ekvivalentnosti mjerenja nacionalnih mjeriteljskih instituta kroz ključne usporedbe i dodatne usporedbe provedene u ime Međunarodnog ureda za utege i mjere (BIPM), EURAMETA i drugih regionalnih mjeriteljskih organizacija
- usporedbe dvaju ili više laboratorija na njihov vlastitu inicijativu s drugim definiranim ciljem usporedbe

3.3. Način ispitivanja sposobnosti

Postoje različite vrste shema ispitivanja sposobnosti svrstanih prema kategorijama.

Prema raspodijeli predmeta ispitivanja sposobnosti

- slijedne - raspodijela predmeta ispitivanja slijedna, od jednog do drugog sudionika
- istodobna - raspodjela slučajno odabranih predmeta istovremena prema svim sudionicima

Prema rezultatima ispitivanja ili mjerenja:

- kvalitativne - opisni rezultati i daju se na nominalnoj ili ordinalnoj skali

- kvantitativne - rezultati iskazani brojčanim vrijednostima, dani u intervalu i omjeru proporcija
- sheme tumačenja - nema provedbe ispitivanja ili mjerenja, predmet ispitivanja sposobnosti je mjerni rezultat podvrgnut tumačenju sudionika preko čega se očituje osposobljenost sudionika

Prema učestalosti provedbe:

- jednokratne - predmet ispitivanja sposobnosti se raspodjeljuje jednokratno
- kontinuirane - predmet ispitivanja sposobnosti se raspodjeljuje u određenim vremenskim razmacima

Prema fazi obrade predmeta ispitivanja:

- sheme prije ispitivanja ili mjerenja - sudionik mora utvrditi kakvo ispitivanje provesti
- sheme mjerenja - ispitivanje sposobnosti fokusirano na proces mjerenja
- sheme poslije ispitivanja ili mjerenja - predmet ispitivanja sposobnosti je analiza rezultata mjerenja [5]

3.4. Ocjena rezultata umjeravanja

Rezultati ispitivanja sposobnosti radi lakšeg tumačenja i mogućnosti usporedbe sa zadanim ciljevima moraju se pretvoriti u statistički proračun izvedbe. Cilj je utvrditi odstupanje od dodijeljene vrijednosti na način kako bi se omogućila lakša usporedba. Pri tome se koriste usporedbe preko z i E_n vrijednosti, a izračunata odstupanja poželjno je prikazati grafički.

3.4.1. Usporedba preko z vrijednosti

$$z = \frac{(x - X)}{\delta}$$

x - rezultat sudionika

X - rezultat referentnog laboratorija

δ - ciljano standardno odstupanje

Ako je z :

$|z| \leq 2$ - zadovoljavajuće

$2 < |z| < 3$ - upitno

$|z| \geq 3$ - nezadovoljavajuće

3.4.2. Usporedba preko E_n vrijednosti

$$E_n = \frac{(x - X)}{\sqrt{(U_x^2 + U_X^2)}}$$

U_x - proširena nesigurnost sudionika

U_X - proširena nesigurnost referentnog laboratorija

Ako je E_n :

$|E_n| \leq 1$ - zadovoljavajuće

$|E_n| > 1$ - nezadovoljavajuće

3.5. Pregled normi za međulaboratorijske usporedbe

- HRN EN ISO/IEC 17011:2005, *Ocjena sukladnosti –Opći zahtjevi za akreditacijska tijela koja akreditiraju tijela za ocjenu sukladnosti*

Ova međunarodna norma određuje opće zahtjeve za akreditacijska tijela koja ocjenjuju i akreditiraju tijela za ocjenu sukladnosti. Primjenjiva je i za provedbu međusobnih ocjenjivanja akreditacijskih tijela, u svrhu postizanja sporazuma o uzajamnom priznavanju. Akreditacijska tijela koja djeluju u skladu s ovom međunarodnom normom ne moraju pružati usluge akreditacije za sve vrste tijela za ocjenu sukladnosti. Za potrebe ove međunarodne norme, tijela za ocjenu sukladnosti definiraju se kao organizacije koje pružaju sljedeće usluge ocjene sukladnosti: ispitivanje, umjeravanje, inspekciju, certifikaciju sustava upravljanja, certifikaciju osoblja, certifikaciju proizvoda i ispitivanje sposobnosti.

- HRN EN ISO/IEC 17025:2007, *Opći zahtjevi za osposobljenost ispitnih i umjernih laboratorija*

Ova norma utvrđuje opće zahtjeve za osposobljenost za provedbu ispitivanja i umjeravanja, uključujući i uzorkovanje, a primjenjiva je za sve organizacije koje provode ispitivanja i umjeravanja bez obzira na vrste ispitivanja i umjeravanja, veličinu organizacije i opseg ispitivanja i umjeravanja.

- HRN EN ISO/IEC 17020:2005, *Opći zahtjevi za rad različitih vrsta tijela koja provode inspekciju*

Ova norma je izrađena s ciljem promicanja povjerenja u inspekcijska tijela. Njome se trebaju koristiti inspekcijska tijela koja provode razne oblike inspekcijskih poslova.

Norma propisuje zahtjeve koje mora ispunjavati uprava Inspekcijsko tijelo, ili organizacija čiji je tijelo dio, mora imati pravni identitet. Inspekcijsko tijelo mora imati dokumentaciju koja opisuje njezine djelatnosti i tehničko područje za koje je mjerodavno. Točan opseg inspekcije mora biti određen posebnim ugovorom ili radnim nalogom. Inspekcijsko tijelo mora imati prikladno osiguranje od odgovornosti, osim ako je tu odgovornost preuzela država u skladu s nacionalnim zakonom ili organizacija čiji je tijelo dio. Inspekcijsko tijelo ili organizacija kojoj tijelo pripada mora imati neovisno pregledano računovodstvo.

- HRN EN ISO/IEC 17043:2010, *Ocjenjivanje sukladnosti – Opći zahtjevi za ispitivanje sposobnosti*

Ova norma utvrđuje opće zahtjeve za osposobljenost organizatora shema ispitivanja sposobnosti te za razvoj i izvedbu shema ispitivanja sposobnosti. Ovi zahtjevi namijenjeni su da budu općeniti za sve vrste shema ispitivanja sposobnosti, te mogu biti upotrijebljeni kao osnova za specifične tehničke zahtjeve u pojedinom području primjene.

- ISO 13528:2005, *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons*

Norma HRN ISO 13528:2012 (ISO 13528:2005), *Statističke metode pri ispitivanju sposobnosti putem međulaboratorijskih usporedbi*, jedan je od glavnih alata pomoću kojih organizatori ispitivanja sposobnosti (*Proficiency Testing Providers*, PTP) statistički obrađuju podatke dobivene tijekom provedbe ispitivanja sposobnosti.

Ono što svaka shema ispitivanja sposobnosti ima jest statistička obrada podataka, o čemu, zapravo, govori HRN ISO 13528.

Struktura norme HRN ISO 13528 takva je da obrađuje:

- Statističke upute za dizajniranje i tumačenje ispitivanja sposobnosti
- Određivanje dodijeljene vrijednosti i njene nesigurnosti
- Određivanje standardnog odstupanja ocjenjivanja sposobnosti
- Statistički izračun izvedbe i vrednovanje rezultata
- Grafičke metode obrade rezultata kruga ispitivanja sposobnosti
- Grafičke metode obrade rezultata više krugova iste sheme ispitivanja sposobnosti

Osim toga, HRN ISO 13528 daje postupke za provjeru homogenosti i stabilnosti (Dodatak B) i algoritme za robusnu analizu podataka (Dodatak C). [6]

4. POSTUPAK MJERENJA

U svrhu izrade ovog diplomskog rada izvršena su mjerenja u četiri različita laboratorija. Referentni laboratorij bio je Laboratorij za procesna mjerenja fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu (LPM - FSB).

Laboratorij za procesna mjerenja je nasljednik Laboratorija za toplinska mjerenja, osnovanog 1960. godine u sklopu Visoke tehničke škole. U njemu se održavaju vježbe za potrebe nastave različitih kolegija fakulteta strojarstva i brodogradnje. Od 2002. godine nosi titulu akreditiranog laboratorija od strane njemačke umjerne službe – Deutscher Kalibrierdienst (DKD) te je postao nositelj Državnih etalona temperature i tlaka, a 2008. godine imenovan je nositeljem Državnog etalona vlažnosti. Osim navedenih etalona, laboratorij djeluje i na području mjeriteljstva protoka i toplinskih svojstava tvari. Temeljni zadatak laboratorija je ostvarenje navedenih mjernih jedinica znanstvenim metodama te osiguranje sljedivosti prema međunarodnim etalonima SI sustava. Laboratorij predstavlja Republiku Hrvatsku u međunarodnim međulaboratorijskim usporedbama te sudjeluje u EURAMET-ovim projektima. Laboratorijska oprema omogućuje postizanje mjeriteljskih sposobnosti laboratorija navedenih u bazi podataka Međunarodnog ureda za utege i mjere (BIPM).

4.1. Korištena oprema

Uređaj: električni pretvornik tlaka sa pokazivačem

Naziv: Ametek calibrators

Proizvođač: Sofra instruments

Tvornički broj: 940950

Tip: PPC 15 bar (mjerno područje 0-15 bar)

Vlasnik mjerila: LPM - FSB

Uređaj: tlačna vaga

Proizvođač: Budenberg

Mjerno područje: 0-140 bar, 140+ bar

Vlasnik mjerila: LPM - FSB



Slika 4-1. Prikaz mjerne linije u LPM-FSB

4.2. Uvjeti usporedbe

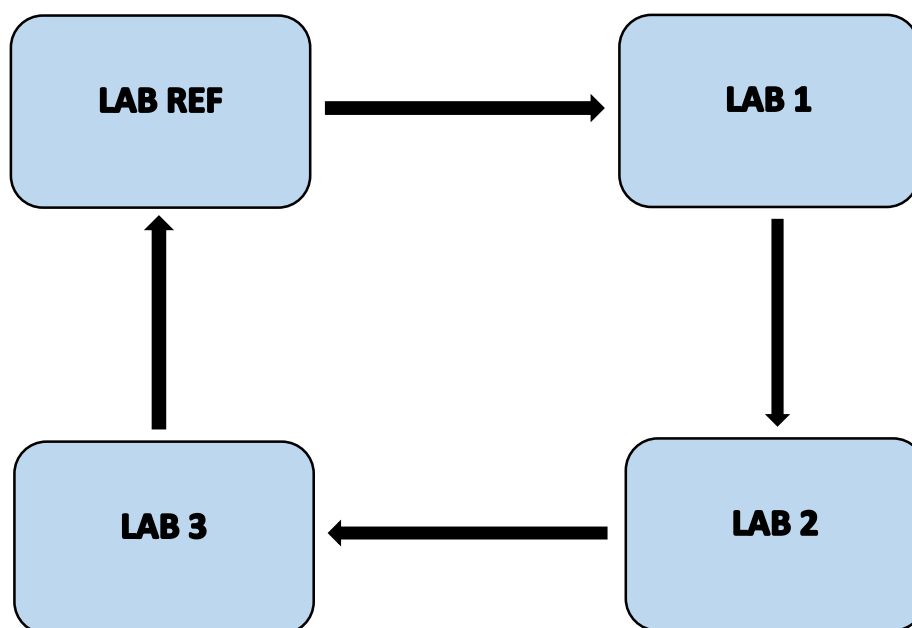
Usporedba se vršila na način da je nakon umjeravanja u referentnom laboratoriju mjerni uređaj poslan na umjeravanje u još tri laboratorija. Nakon provedenih umjeravanja uređaj je vraćen u referentni laboratorij gdje se izvelo još jedno mjerenje. Plan kružanja mjerila bio je slijedni.

Umjeravanja su provedena prema smjernicama DKD-R 6-1, mjerenjem po principu tipa B. Kao etalon odabrana je tlačna vaga Budenberg interne oznake TLVAG_01.

Svi laboratoriji izvršili su mjerenja u 11 različitih točaka kako slijedi: 0, 2, 4, 6, 7, 9, 11, 13 i 15 bar. Mjerenja su provedena dva puta uzlazno i jednom silazno.

Tablica 4-1. Provedena mjerenja

<i>laboratorij</i>	<i>ime laboratorija</i>	<i>datum mjerenja</i>
LAB REF	LPM - FSB	17.05.2016.
LAB 1	BMB Laboratorij Brcković	20.05.2016.
LAB 2	Gredelj	06.06.2016.
LAB 3	Laboring d.o.o.	15.06.2016.
LAB REF	LPM - FSB	30.06.2016.



Slika 4-2. Shema kruženja

4.3. Izračun mjerne nesigurnosti LPM

Mjerna nesigurnost dobivena je postupcima objašnjenima u 2.3. odjeljku ovoga rada.

Tablica 4-2. Mjerna nesigurnost za LPM mjerenje 1

p_e (bar)	u (etalon)	u (raz)	u (Δh)	u (f_0)	u (b')	u (h)	u (y)	U
0,000	0	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0	0	0,0004795	0,0009591
2,001	0,0001	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0,0002828	0,0002828	0,0006324	0,0012648
4,001	0,0002236	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0	0	0,0005291	0,0010583
6,000	0,0004316	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0,0002828	0,0002828	0,0007141	0,0014282
7,000	0,0004872	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0	0	0,0006164	0,0012388
9,000	0,0006	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0,0002828	0	0,0007549	0,0015099
11,000	0,0007496	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0,0002828	0	0,0008306	0,0016613
12,999	0,0008141	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0,0002828	0	0,0009219	0,0018439
14,999	0,001024	0,0002828	0,0002494	0,0002828	0,0002828	0	0,0010148	0,0020297

Tablica 4-3. Mjerna nesigurnost za LPM mjerenje 2

p_e (bar)	u (etalon)	u (raz)	u (Δh)	u (f_0)	u (b')	u (h)	u (y)	U
0,000	0	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0	0	0,0069282	0,0013856
2,001	0,0001	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0,0005744	0,0005744	0,0010723	0,0021447
4,001	0,0007071	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0	0	0,0007280	0,0014560
6,000	0,0004316	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0,0002828	0,0002828	0,0008717	0,0017435
7,000	0,0002449	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0,0002828	0,0002828	0,0008944	0,0017882
9,000	0,0006	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0,0002828	0,0002828	0,0009486	0,0018973
11,000	0,0007496	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0,0002828	0,0005744	0,0011313	0,0022621
12,999	0,0008873	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0,0002828	0,0002828	0,0010862	0,0021721
14,999	0,001024	0,0002828	0,0002494	0,0005744	0	0	0,0010908	0,0021817

5. REZULTATI MJERENJA

5.1. LAB REF (mjerjenje 1)

Predmet umjeravanja: El. Pretvornik tlaka sa pokazivačem

Mjerno područje: 0-15 bar

Najmanja podjela mjerila: 0,001

Razred točnosti: 0,01%

Ciljana nesigurnost: 0,5% FS

Jedinica tlaka: bar

Naziv etalona: tlačna vaga Budenberg

Interna oznaka: TLVAG_01

Nesigurnost etalona: $1,1 * 10^{-4}$

Slijedivost: Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig

Uvjeti umjeravanja:

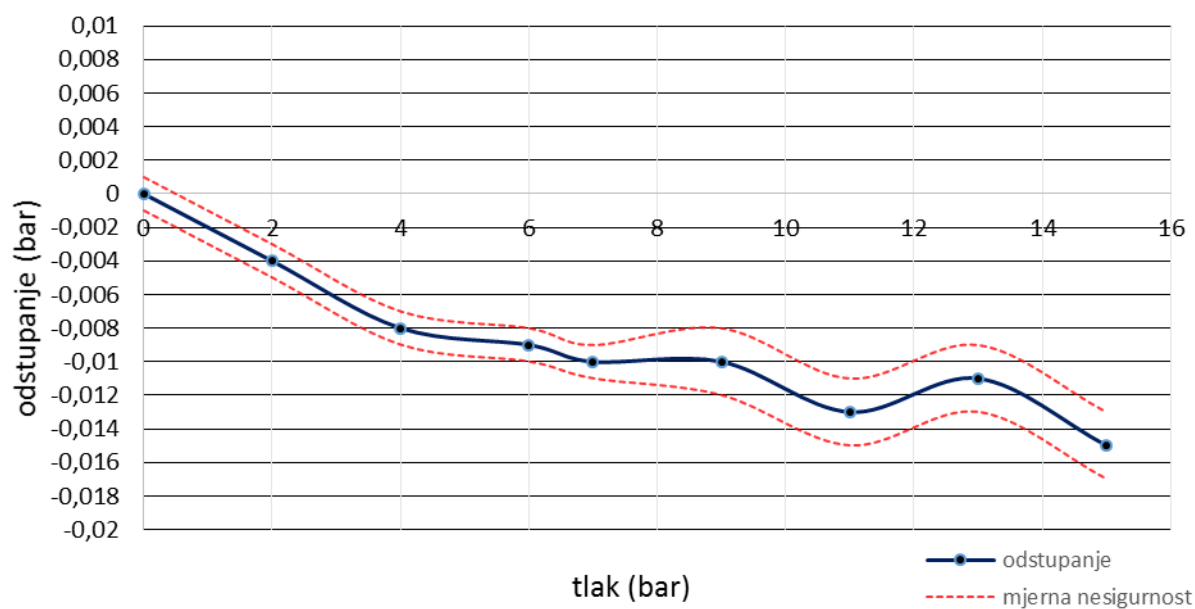
- Temperatura: 21,8 °C
- Tlak: 1019 mbar
- Relativna vlažnost: 42%
- Tlačni medij: ulje
- Pozicija ispitivanog mjerila: vertikalna

Umjerna procedura:

Instrument je umjeren pomoću etalonskih mjernih sustava Laboratorija za procesna mjerenja. Korištena je interna procedura umjeravanja metodom usporedbe CPTL-02 temeljena na DKD-R6-1

Tablica 5-1. Rezultati mjerenja LAB REF

tlak na etalonu	očitavanje na umjeravanom mjerilu			srednja vrijednost	mjerni odmak	histereza	mjerna nesigurnost
	uzlazno	silazno	uzlazno				
p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M2-M1	U
bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar
0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,001
2,001	1,998	1,997	1,997	1,997	-0,004	-0,001	0,001
4,001	3,993	3,993	3,992	3,993	-0,008	0,000	0,001
6,000	5,992	5,991	5,991	5,991	-0,009	-0,001	0,001
7,000	6,990	6,990	6,990	6,990	-0,010	0,000	0,001
9,000	8,990	8,990	8,989	8,990	-0,010	-0,001	0,002
11,000	10,987	10,987	10,986	10,987	-0,013	-0,001	0,002
12,999	12,989	12,989	12,988	12,989	-0,011	-0,001	0,002
14,999	14,984	14,984	14,983	14,984	-0,015	-0,001	0,002



Slika 5-1. Grafički prikaz odstupanja LAB REF (mjerenje 1)

5.2. LAB 1

Predmet umjeravanja: El. Pretvornik tlaka sa pokazivačem

Mjerno područje: 0-15 bar

Najmanja podjela mjerila: 0,001

Razred točnosti: 0,01%

Ciljana nesigurnost: 0,5% FS

Jedinica tlaka: bar

Naziv etalona: tlačna vaga VDO – Budenberg; 1/120 bar; tip 380L

Mjerna nesigurnost: $k = 2$

Nesigurnost etalona: $1,5 * 10^{-4}$ (ne manje od 0,9 mbar)

Slijedivost: D-K 15105-01-00

Uvjeti umjeravanja:

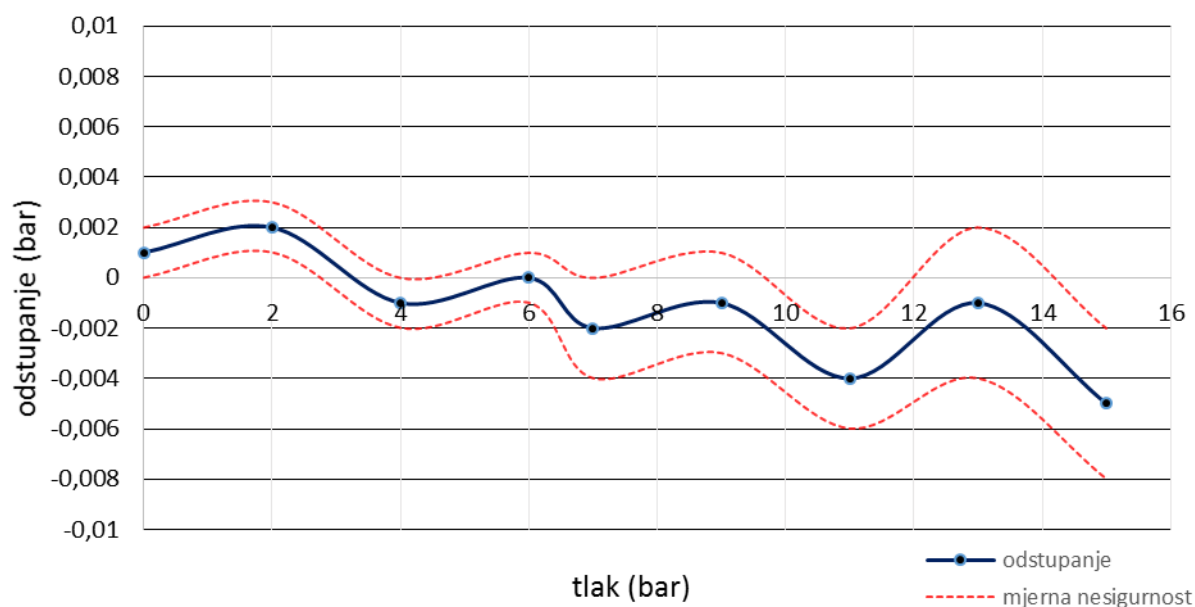
- Temperatura: 22 °C
- Tlak: 1001,9 mbar
- Relativna vlažnost: 52,5%
- Tlačni medij: ulje
- Pozicija ispitivanog mjerila: vertikalna

Umjerna procedura:

Predmet je umjeravan prema odobrenom postupku UP13 Umjeravanje mjerila tlaka sukladno uputi DKD-R 6-1, Umjeravanje mjerila tlaka

Tablica 5-2. Rezultati mjerenja LAB 1

tlak na etalonu	očitanje na umjeravanom mjerilu			srednja vrijednost	mjerni odmak	histereza	mjerna nesigurnost
	uzlazno	silazno	uzlazno				
p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M2-M1	U
bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar
0,000	0,000	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
1,999	2,000	2,001	2,001	2,001	0,002	0,001	0,001
3,999	3,998	3,997	3,998	3,998	-0,001	0,000	0,001
5,999	5,999	5,998	5,999	5,999	0,000	0,000	0,001
6,999	6,996	6,997	6,997	6,997	-0,002	0,001	0,002
8,999	8,997	8,998	8,998	8,998	-0,001	0,001	0,002
10,999	10,995	10,995	10,995	10,995	-0,004	0,000	0,002
12,999	12,997	12,998	12,998	12,998	-0,001	0,001	0,003
14,998	14,993	14,993	14,993	14,993	-0,005	0,000	0,003



Slika 5-2. Grafički prikaz odstupanja LAB 1

5.3. LAB 2

Predmet umjeravanja: El. Pretvornik tlaka sa pokazivačem

Mjerno područje: 0-15 bar

Najmanja podjela mjerila: 0,001

Razred točnosti: 0,01%

Ciljana nesigurnost: 0,5% FS

Jedinica tlaka: bar

Naziv etalona: tlačna vaga tip 3/PD60

Mjerna nesigurnost: $k = 2$

Nesigurnost etalona: $1,5 \cdot 10^{-4}$ (ne manje od 0,9 mbar)

Slijedivost: 2-0054/15-07 FSB

Uvjeti umjeravanja:

- Temperatura: 24,5 °C
- Tlak: 998 mbar
- Relativna vlažnost: 53,6%
- Tlačni medij: zrak
- Pozicija ispitivanog mjerila: vertikalno

Umjerna procedura:

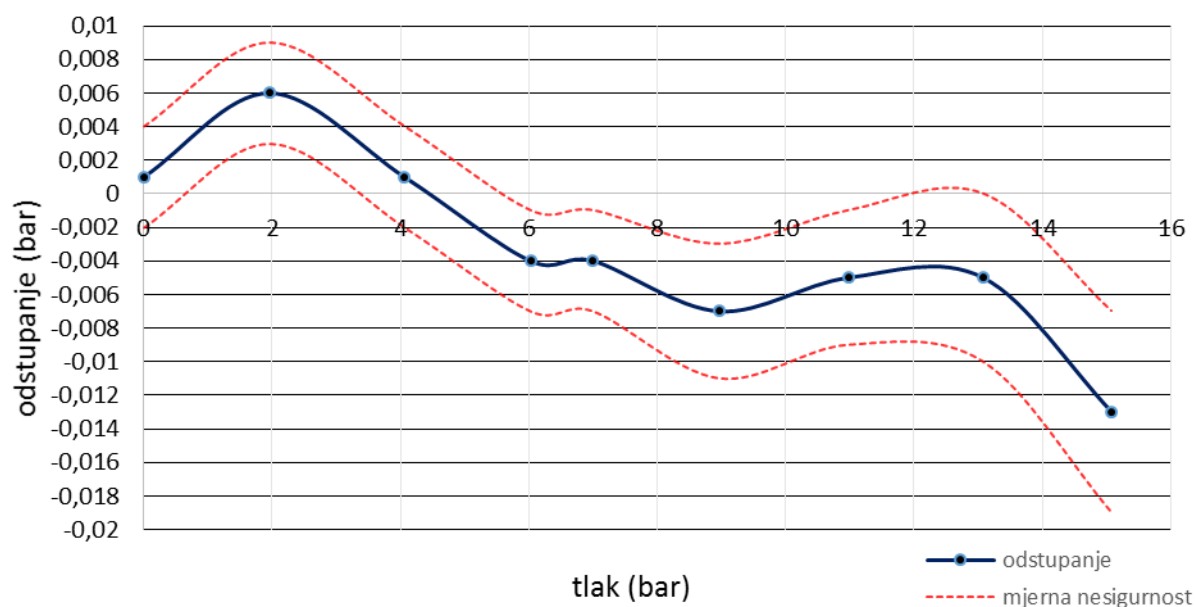
Umjeravanje je provedeno metodom DKD-R 6-1, tip B



Slika 5-3. Mjerna linija LAB 2

Tablica 5-3. Rezultati mjerenja LAB 2

tlak na etalonu	očitavanje na umjeravanom mjerilu			srednja vrijednost	mjerni odmak	histereza	mjerna nesigurnost
	uzlazno	silazno	uzlazno				
p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M2-M1	U
bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar
0,000	0,001	0,000	0,001	0,001	0,001	-0,001	0,003
1,958	1,964	1,965	1,964	1,965	0,006	0,001	0,003
4,063	4,064	4,064	4,064	4,064	0,001	0,000	0,003
6,025	6,021	6,021	6,021	6,021	-0,004	0,000	0,003
7,001	6,997	6,997	6,997	6,997	-0,004	0,000	0,003
8,961	8,954	8,954	8,954	8,954	-0,007	0,000	0,004
10,977	10,972	10,972	10,972	10,972	-0,005	0,000	0,004
13,081	13,076	13,076	13,076	13,076	-0,005	0,000	0,005
15,082	15,070	15,070	15,070	15,070	-0,013	0,000	0,006



Slika 5-4. Grafički prikaz odstupanja LAB 2

5.4. LAB 3

Predmet umjeravanja: El. Pretvornik tlaka sa pokazivačem

Mjerno područje: 0-15 bar

Najmanja podjela mjerila: 0,001

Razred točnosti: 0,01%

Ciljana nesigurnost: 0,5% FS

Jedinica tlaka: bar

Naziv etalona: tlačna vaga VDO – Budenberg; 1/120 bar; tip 380L

Mjerna nesigurnost: $k = 2$

Nesigurnost etalona: $1,5 * 10^{-4}$ (ne manje od 0,9 mbar)

Slijedivost: Fluke 717-100, sn 8616031, umjereno do 2017-09-09; LPM, FSB, Hrvatska

Uvjeti umjeravanja:

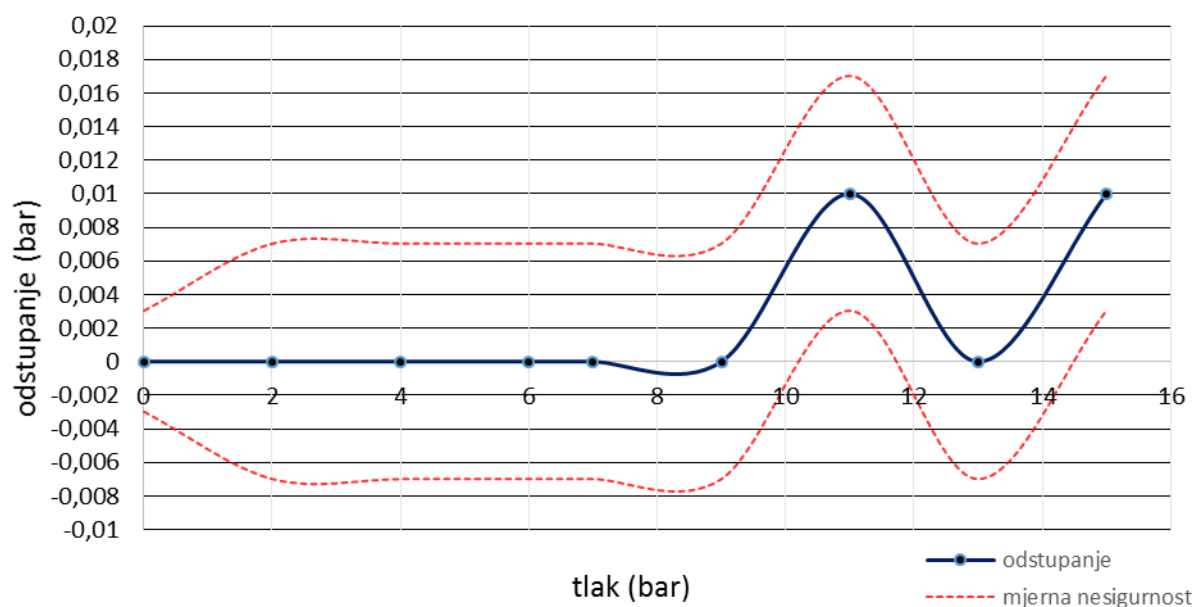
- Temperatura: 23,2 °C
- Tlak: 990 mbar
- Relativna vlažnost: 52%
- Tlačni medij: voda
- Pozicija ispitivanog mjerila: vertikalna

Umjerna procedura:

Umjeravanje se provodi akreditiranim postupkom prema DKD-R 6-1:2003 (tip B) i EURAMET cg-17:2011

Tablica 5-4. Rezultati mjerenja LAB 3

tlak na etalonu	očitavanje na umjeravanom mjerilu			srednja vrijednost	mjerni odmak	histereza	mjerna nesigurnost
	uzlazno	silazno	uzlazno				
p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M2-M1	U
bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar
0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03
2,00	2,00	2,00	2,00	2,00	0,00	0,00	0,07
4,00	4,00	4,00	4,00	4,00	0,00	0,00	0,07
6,00	6,00	6,00	6,00	6,00	0,00	0,00	0,07
7,00	7,00	7,00	7,00	7,00	0,00	0,00	0,07
9,00	9,00	9,00	9,00	9,00	0,00	0,00	0,07
11,00	11,01	11,01	11,00	11,01	0,01	0,00	0,07
13,00	13,00	13,00	13,00	13,00	0,00	0,00	0,07
15,00	14,99	15,01	15,00	15,00	0,01	0,02	0,07



Slika 5-5. Grafički prikaz odstupanja LAB 3

5.5. LAB REF (mjerjenje 2)

Predmet umjeravanja: El. Pretvornik tlaka sa pokazivačem

Mjerno područje: 0-15 bar

Najmanja podjela mjerila: 0,001

Razred točnosti: 0,01%

Ciljana nesigurnost: 0,5% FS

Jedinica tlaka: bar

Naziv etalona: tlačna vaga Budenberg

Interna oznaka: TLVAG_01

Nesigurnost etalona: $1,1 * 10^{-4}$

Slijedivost: Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Braunschweig

Uvjeti umjeravanja:

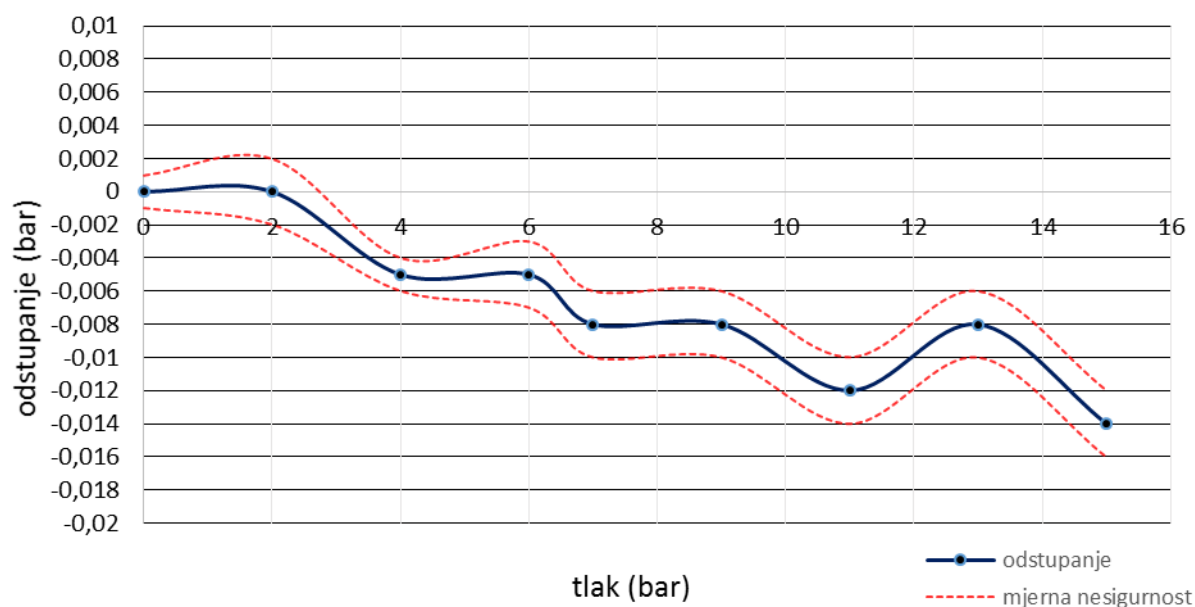
- Temperatura: 27 °C
- Tlak: 1019 mbar
- Relativna vlažnost: 46,3%
- Tlačni medij: ulje
- Pozicija ispitivanog mjerila: vertikalna

Umjerna procedura:

Instrument je umjeren pomoću etalonskih mjernih sustava Laboratorija za procesna mjerenja. Korištena je interna procedura umjeravanja metodom usporedbe CPTL-02 temeljena na DKD-R6-1

Tablica 5-5. Rezultati mjerenja LAB REF (mjerenje 2)

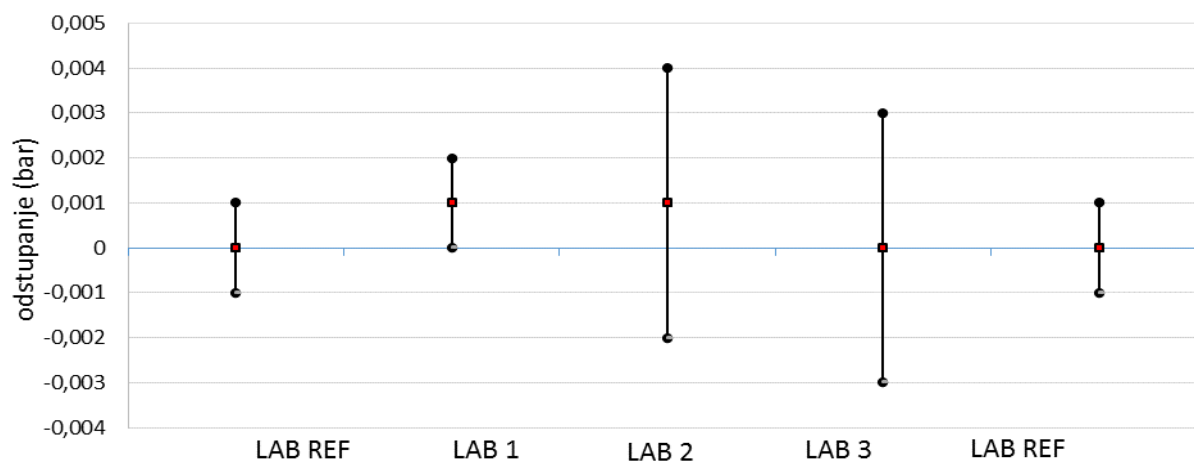
tlak na etalonu	očitanje na umjeravanom mjerilu			srednja vrijednost	mjerni odmak	histereza	mjerna nesigurnost
	uzlazno	silazno	uzlazno				
p_e	M1	M2	M3	M_{sr}	$M_{sr} - p_e$	M2-M1	U
bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar	bar
0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,001
2,001	2,000	2,002	2,002	2,001	0,000	0,002	0,002
4,001	3,996	3,996	3,996	3,996	-0,005	0,000	0,001
6,000	5,994	5,995	5,995	5,995	-0,005	0,001	0,002
7,000	6,991	6,992	6,992	6,992	-0,008	0,001	0,002
9,000	8,991	8,992	8,992	8,992	-0,008	0,001	0,002
11,000	10,987	10,989	10,988	10,988	-0,012	0,002	0,002
12,999	12,990	12,991	12,991	12,991	-0,008	0,001	0,002
14,999	14,985	14,985	14,985	14,985	-0,014	0,000	0,002



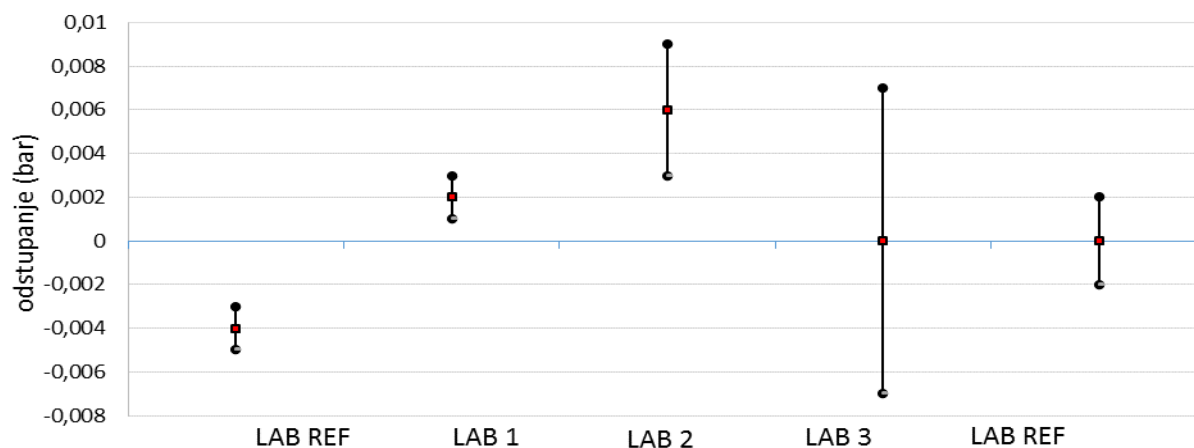
Slika 5-6. Grafički prikaz odstupanja LAB REF (mjerenje 2)

5.6. Grafički prikaz odstupanja laboratorija po mjernim točkama

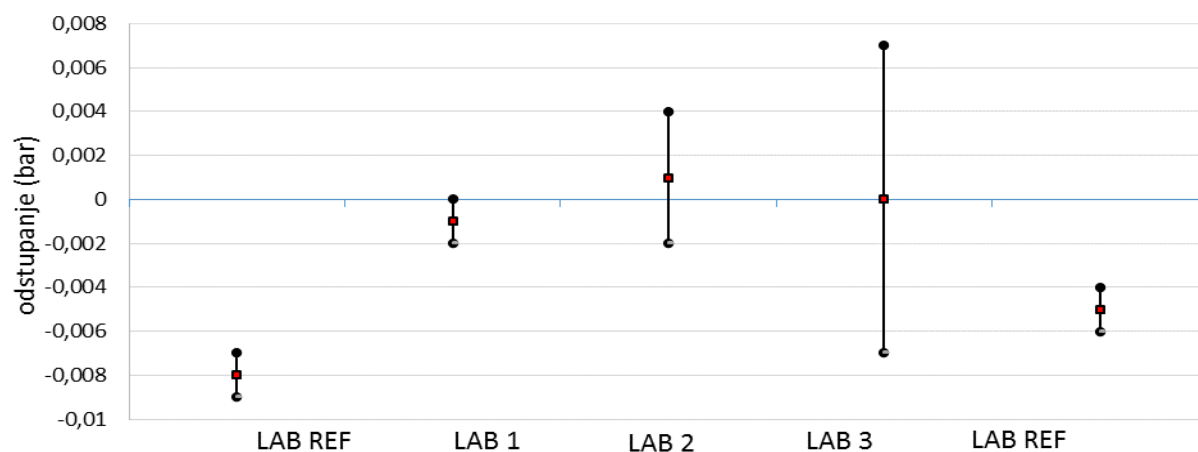
Na slijedećim grafovima prikazane su točke odstupanja od mjerenog etalonskog tlaka za svaki laboratorij i svaki radni tlak. Vertikalna pridružena os točkama prikazuje mjernu nesigurnost izračunatu od strane laboratorija za odgovarajući radni tlak.



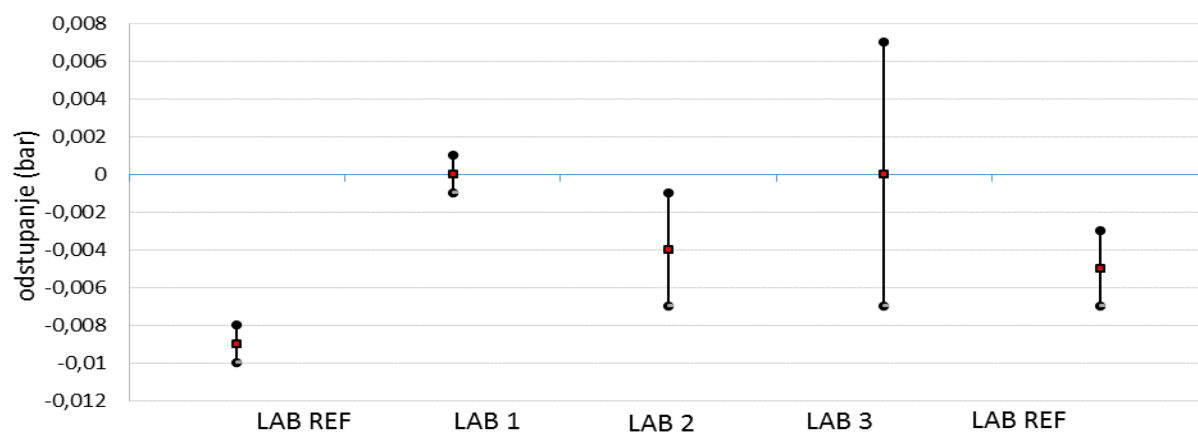
Slika 5-7. Grafički prikaz odstupanja za 0 bar



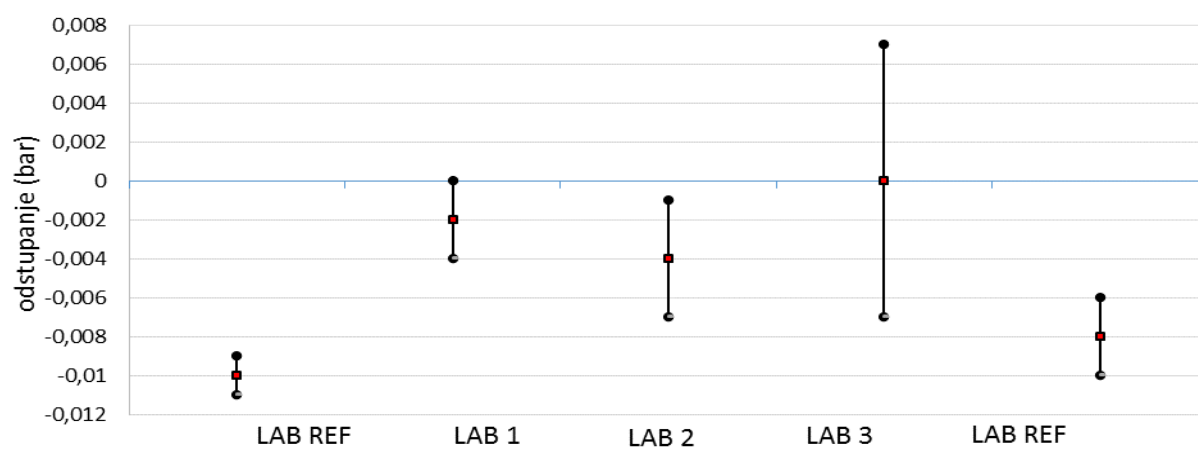
Slika 5-8. Grafički prikaz odstupanja za 2 bar



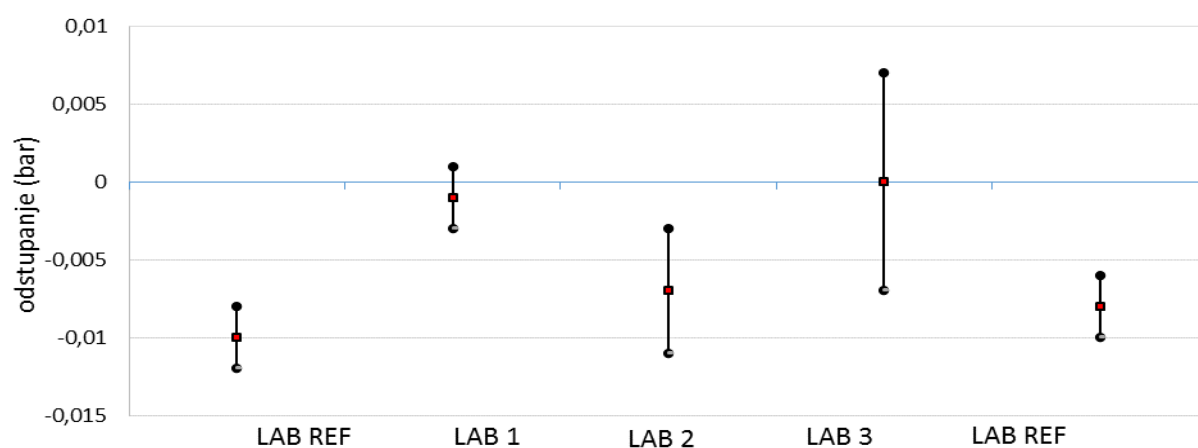
Slika 5-9. Grafički prikaz odstupanja za 4 bar



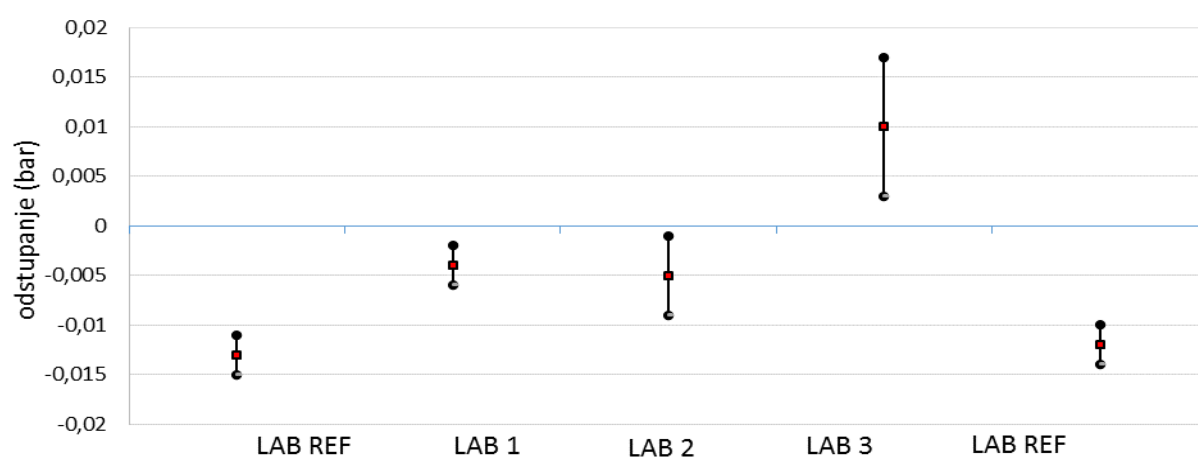
Slika 5-10. Grafički prikaz odstupanja za 6 bar



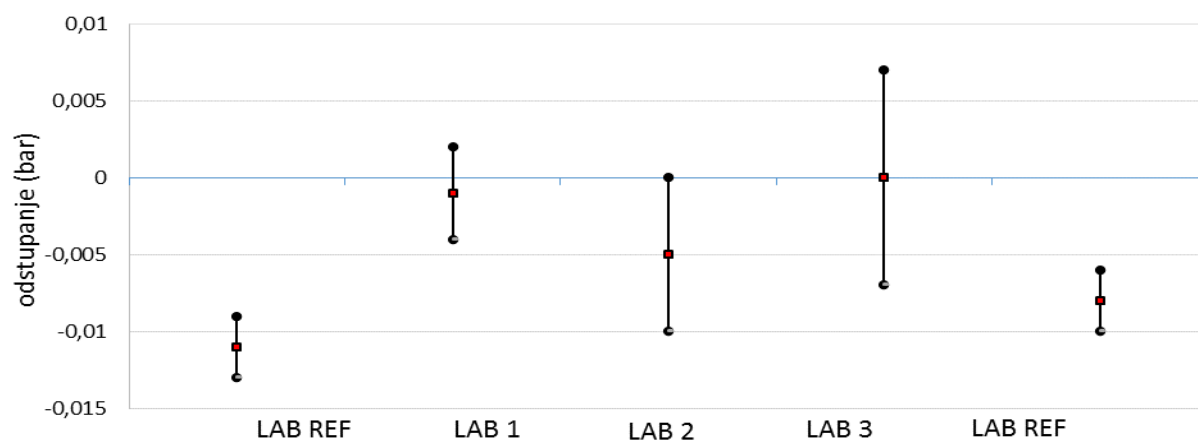
Slika 5-11. Grafički prikaz odstupanja za 7 bar



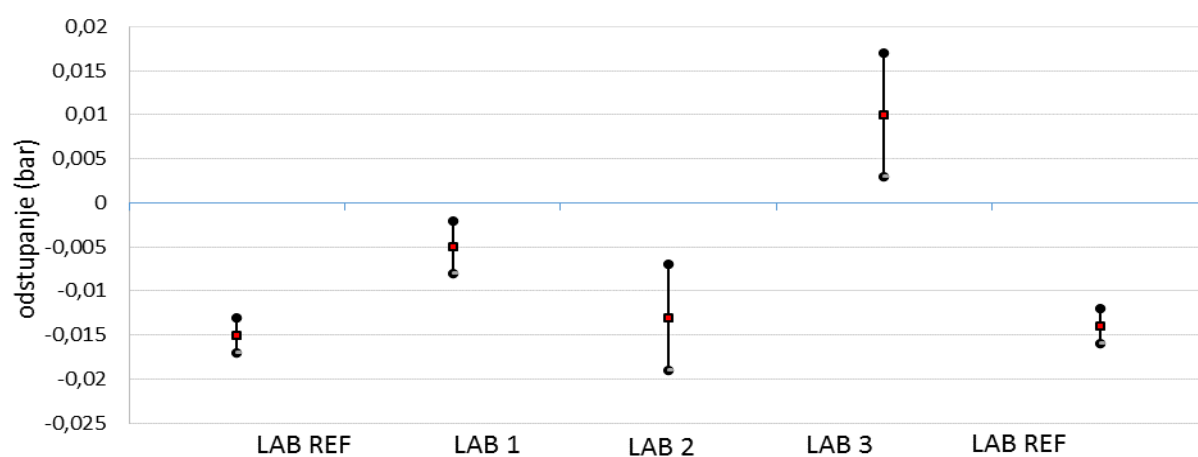
Slika 5-12. Grafički prikaz odstupanja za 9 bar



Slika 5-13. Grafički prikaz odstupanja za 11 bar



Slika 5-14. Grafički prikaz odstupanja za 13 bar



Slika 5-15. Grafički prikaz odstupanja za 15 bar

6. ANALIZA REZULTATA

Analiza rezultata izvršena je prema kriteriju zadovoljavanja E_n vrijednosti prema odjeljku 3.4. ovog rada. U nastavku je tablično prikazan izračun za svaki laboratorij.

Tablica 6-1. Izračun E_n vrijednosti za LAB 1

p	x	X	U_x	U_X	E_n
<i>bar</i>					
0	0,001	0,000	0,001	0,001	0,71
2	0,002	0,000	0,001	0,002	0,89
4	-0,001	-0,005	0,001	0,001	2,83
6	0,000	-0,005	0,001	0,002	3,54
7	-0,002	-0,008	0,002	0,002	2,12
9	-0,001	-0,008	0,002	0,002	2,47
11	-0,004	-0,012	0,002	0,002	2,83
13	-0,001	-0,008	0,003	0,002	1,94
15	-0,005	-0,014	0,003	0,002	2,50

Tablica 6-2. Izračun E_n vrijednosti za LAB 2

p	x	X	U_x	U_X	E_n
<i>bar</i>					
0	0,001	0,000	0,003	0,001	0,32
2	0,006	0,000	0,003	0,002	1,66
4	0,001	-0,005	0,003	0,001	1,26
6	-0,004	-0,005	0,003	0,002	0,28
7	-0,004	-0,008	0,003	0,002	1,11
9	-0,007	-0,008	0,004	0,002	0,22
11	-0,005	-0,012	0,004	0,002	1,56
13	-0,005	-0,008	0,005	0,002	0,56
15	-0,013	-0,014	0,006	0,002	0,16

Tablica 6-3. Izračun E_n vrijednosti za LAB 3

p	x	X	U_x	U_X	E_n
<i>bar</i>					
0	0,00	0,000	0,03	0,001	0
2	0,00	0,000	0,07	0,002	0
4	0,00	-0,005	0,07	0,001	0,07
6	0,00	-0,005	0,07	0,002	0,07
7	0,00	-0,008	0,07	0,002	0,11
9	0,00	-0,008	0,07	0,002	0,11
11	0,01	-0,012	0,07	0,002	0,16
13	0,00	-0,008	0,07	0,002	0,11
15	0,01	-0,014	0,07	0,002	0,18

Tablica 6-4. Prikaz dobivenih E_n vrijednosti

p	E_n LAB 1	E_n LAB 2	E_n LAB 3
<i>bar</i>			
0	0,70	0,32	0
2	0,89	1,66	0
4	2,83	1,26	0,07
6	3,54	0,28	0,07
7	2,12	1,11	0,11
9	2,47	0,22	0,11
11	2,83	1,56	0,16
13	1,94	0,56	0,11
15	2,50	0,16	0,18

Kako vrijedi da je mjerenje za:

$|E_n| \leq 1$ - zadovoljavajuće

$|E_n| > 1$ - nezadovoljavajuće

iz dobivenih rezultata možemo očitati određene pravilnosti. Mjerni odmak referentnog laboratorija u većini slučajeva bio je veći nego kod uspoređivanih laboratorija, dok se nesigurnost kretala u vrlo malim granicama. Iz tog razloga neke vrijednosti veće su od 1, a samim time nezadovoljavajuće. Po primjeru LAB 3 koji ima najveću mjernu nesigurnost vidimo da su sve vrijednosti u rasponu zadovoljavajućeg.

Kod slučajeva kada je $|E_n| > 1$, potrebno je:

- provjeriti metodu
- ponovno umjeriti opremu
- ponovno pokrenuti međulaboratorijsku usporedbu

7. ZAKLJUČAK

U radu je provedena međulaboratorijska usporedba mjerila tlaka. Prikazane su teorijske osnove mjerenja tlaka, umjeravanja i sljedivosti. Praktični dio rada obuhvatio je mjerenja u referentnom laboratoriju LPM – FSB čiji su rezultati dobiveni i obrađeni prema uputama DKD-R 6-1.

Prema istim uputama i pri istim mjernim točkama (0, 2, 4, 6, 7, 9, 11, 13, 15 bar) u razdoblju od 20.05. do 15.06.2016. godine obavljena su mjerenja u još tri laboratorija koja su sudjelovala u usporedbi. Podaci su obrađeni i analizirani metodom E_n vrijednosti.

Ukoliko je E_n vrijednost veća od 1 mjerenje se smatra nezadovoljavajućim, a važno je pokrenuti postupak popravni radnji i ponovo izvesti usporedbu sve dok vrijednost E_n ne bude zadovoljavajuća.

Trenutno, zadovoljavajući su jedino rezultati laboratorija u radu nazivanoga LAB 3, dok rezultati LAB 1 najviše odstupaju od referentnog laboratorija.

LITERATURA

- [1] EURAMET: *Metrology in short*, 3rd edition, 2008.
- [2] Zvizdić, D., Grgec Bermanec, L.: *Predavanja iz kolegija toplinska i procesna mjerenja*, FSB-LPM, 2010./2011.
- [3] DKD: *Calibration of Pressure Gauges*, Guideline DKD-R 6-1, 2003.
- [4] Zvizdić, D., Grgec Bermanec, L.: *Vježbe iz kolegija toplinska i procesna mjerenja*, FSB-LPM, 2010./2011.
- [5] HAA: *Pravila za međulaboratorijske usporedbe*, HAA-Pr-2/6, 2012.
- [6] <http://www.svijet-kvalitete.com>
- [7] <http://www.hmi.hr/>
- [8] HRN EN ISO/IEC 17011:2005
- [9] HRN EN ISO/IEC 17025:2007
- [10] HRN EN ISO/IEC 17020:2005
- [11] HRN EN ISO/IEC 17043:2010
- [12] HRN ISO 13528:2012

PRILOZI

- I. CD-R disc